

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-181754

(43)Date of publication of application : 03.07.2001

(51)Int.Cl.

C22C 1/04

B22F 9/24

G11B 5/706

H01F 1/047

(21)Application number : 2000-035697

(71)Applicant : HITACHI MAXELL LTD

(22)Date of filing : 08.02.2000

(72)Inventor : KISHIMOTO MIKIO

(30)Priority

Priority number : 11033018 Priority date : 10.02.1999 Priority country : JP

11157202 04.06.1999 JP

11290283 12.10.1999 JP

(54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM, RARE EARTH-IRON-BORON SERIES MAGNETIC POWDER USED THEREFOR AND METHOD FOR PRODUCING THE MAGNETIC POWDER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a coating type magnetic recording medium in a thin layer region having excellent magnetic properties which have not been obtained heretofore by using new magnetic powder entirely different from the conventional acicular magnetic powder.

SOLUTION: In this magnetic recording medium in which a magnetic layer containing magnetic powder and a binder is provided on a nonmagnetic supporter, the magnetic powder is composed of granular or oval rare earth-iron-boron series magnetic powder in which the average grain size lies in the range of 5 to 200 nm, alternatively, in the magnetic recording medium having the above constitution, the space between the nonmagnetic supporter and the magnetic layer is provided with an under coat containing inorganic powder and a binder, and the average thickness of the magnetic layer is 0.3 μm or less.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The magnetic-recording medium which is, carries out and is characterized by the granular thing which have ***** and the above-mentioned magnetic powder in the range of 5-200nm average grain size, and which is been ellipse-like rare earth-iron-boron system magnetism powder by the magnetic-recording medium which has the magnetic layer which contains magnetic powder and a binder on a nonmagnetic base material.

[Claim 2] For rare earth-iron-boron system magnetism powder, the content of rare earth and boron is the magnetic-recording medium according to claim 1 they are [medium] 0.2 to 20 atom %, and 0.5 to 30 atom %, respectively to iron.

[Claim 3] The magnetic-recording medium according to claim 1 or 2 which contains transition metals other than iron in rare earth-iron-boron system magnetism powder.

[Claim 4] Rare earth-iron-boron system magnetism powder is a magnetic-recording medium according to claim 1 to 3 by which a core part is metal iron or an iron alloy, and an outer layer part consists of a rare earth-iron-boron compound.

[Claim 5] The magnetic-recording medium according to claim 1 to 4 whose average thickness of a magnetic layer it has the under coat which contains the inorganic powder of at least one layer, and a binder between a nonmagnetic base material and a magnetic layer, and is 0.3 micrometers or less.

[Claim 6] The magnetic-recording medium according to claim 1 to 5 0.6 to 0.9 and whose saturation magnetic flux density an easy direction of magnetization is in the longitudinal direction of a magnetic layer, and 80 - 400 kA/m and a square shape ratio are 0.1-0.5T for the coercive force of a longitudinal direction.

[Claim 7] The magnetic-recording medium according to claim 1 to 5 0.5 to 0.8 and whose saturation magnetic flux density an easy direction of magnetization is located perpendicularly in a magnetic layer side, and 60 - 320 kA/m and a square shape ratio are 0.1-0.5T for vertical coercive force.

[Claim 8] The magnetic-recording medium according to claim 1 to 5 0.4 to 0.7 and whose saturation magnetic flux density 60 - 380 kA/m and a square shape ratio are [in / the easy direction of magnetization is distributed at random, and / which direction of vertical] 0.1-0.5T in a magnetic layer side in the direction and magnetic layer side of arbitration within a magnetic layer side for coercive force.

[Claim 9] Rare earth-iron-boron system magnetism powder with which it is in the range whose coercive force is 80-400kA/m, 10-25 microwatts of whose saturation magnetization are b/g and, whose average grain size is

5-200nm, and it is, and rare earth, iron, and boron are used as a configuration element at least, and a configuration is characterized [it carries out and] by the granular thing been an ellipse-like.

[Claim 10] Rare earth-iron-boron system magnetism powder according to claim 9 whose contents of rare earth and boron are 0.2 to 20 atom %, and 0.5 to 30 atom % to iron, respectively.

[Claim 11] Rare earth-iron-boron system magnetism powder containing transition metals other than iron according to claim 9 or 10.

[Claim 12] Rare earth-iron-boron system magnetism powder according to claim 11 which contains cobalt, or this and nickel as transition metals other than iron.

[Claim 13] Rare earth-iron-boron system magnetism powder according to claim 9 to 12 with which a core part is metal iron or an iron alloy, and an outer layer part consists of a rare earth-iron-boron compound.

[Claim 14] Rare earth, the water solution containing iron ion, and an alkali water solution are mixed. By building the coprecipitate of rare earth and iron, adding and heat-treating a boron compound to this coprecipitate, building the oxide of the rare earth containing boron, and iron, and carrying out heating reduction of this oxide The manufacture approach of the rare earth-iron-boron system magnetism powder which is in the range whose average grain size is 5-200nm, and is characterized by manufacturing rare earth [whose coercive force is 80 - 400 kA/m / are, and it carries out, and is an ellipse-like, and 10-25 microwatts of whose saturation magnetization are b/g]-iron-boron system magnetism powder with a granular configuration.

[Claim 15] Mix the water solution and alkali water solution containing iron ion, build an iron hydroxide, and rare earth salt and a boron compound are added and heat-treated to this hydroxide. By building the oxide of the rare earth containing boron, and iron, and carrying out heating reduction of this oxide The manufacture approach of the rare earth-iron-boron system magnetism powder which is in the range whose average grain size is 5-200nm, and is characterized by manufacturing rare earth [whose coercive force is 80 - 400 kA/m / are, and it carries out, and is an ellipse-like, and 10-25 microwatts of whose saturation magnetization are b/g]-iron-boron system magnetism powder with a granular configuration.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to above-mentioned rare earth-iron-boron system magnetism powder and its above-mentioned manufacture approach, concerning the optimal magnetic-recording medium for super-high density record of the magnetic-recording medium which used rare earth-iron-boron system magnetism powder, a detailed digital video tape and the detailed backup tape for computers, a high capacity floppy disk, etc.

[0002]

[Description of the Prior Art] As for the magnetic-recording medium, much more improvement in recording density is demanded for the play back system with the shift to a digital type from an analog type. When contention with a hard disk or an optical disk cannot realize the above-mentioned demand with an intense video tape or the intense backup tape for computers especially, it is like [it is doubtful of continuation of the product itself]. Although the magnetic-recording medium which used the metal thin film for the magnetic layer is proposed to the demand of improvement in such recording density, the so-called spreading mold magnetic-recording medium which comes to apply the magnetic coating which distributed magnetic powder in the binder on a nonmagnetic base material in respect of practical use dependability, such as productivity and corrosion, is more excellent. In this spreading mold magnetic-recording medium, the magnetic parametric performance was roughly divided as the technique of improving until now, and amelioration of magnetic powder

and amelioration of a medium manufacturing technology have realized.

[0003] Since it corresponds mainly to short wavelength record about amelioration of magnetic powder, the improvement of magnetic properties is aimed at with atomization, conventionally, magnetic powder, such as a ferromagnetic iron oxide currently used for the object for audios or the home video tape, Co denaturation ferromagnetism iron oxide, and chrome oxide, is in use, and the needlelike metal magnetism powder whose grain size ***** is about 0.1 micrometers now is proposed every year. Moreover, in order to prevent the loss of power by the demagnetization at the time of short wavelength record, high coercive force-ization is achieved and coercive force of 198.9 kA/m extent is realized by alloying of iron-cobalt every year (for example, JP,3-49026,A, JP,5-234064,A, JP,6-25702,A, JP,6-139553,A, etc.).

[0004] Moreover, by an improvement of the distributed technique at the time of using the binder which has various functional groups, and the above-mentioned magnetic powder about amelioration of a medium manufacturing technology, and improvement in a calender technique further performed after a spreading process, the surface smooth nature of a magnetic layer improved remarkably, and has contributed to improvement in a short wavelength output greatly (for example, JP,64-1297,B, JP,7-60504,B, JP,4-19815,A, etc.).

[0005] However, since record wavelength is shortened in connection with densification in recent years, if the thickness of a magnetic layer is thick, it will set to the shortest record wavelength field. In order to obtain an output only about [1/several] in the conventional saturation magnetization and conventional coercive force extent of magnetic powder and to use very short record wavelength, The problem that the effect of the thickness loss resulting from the self-demagnetization loss at the time of inside **** record playback or the thickness of a magnetic layer becomes large conventionally if it is with a problem so much, and sufficient resolution is not obtained is *****. Since it is unconquerable to such a problem only on the surface disposition by an improvement of the magnetic properties by magnetic powder which was described above, or the medium manufacturing technology, reducing the thickness of a magnetic layer is proposed.

[0006] Namely, since the effective thickness of a magnetic layer is generally called about [of the shortest record wavelength used for a system] $1/3$, as for the thickness of a magnetic layer, about 0.3 micrometers is needed in the shortest record wavelength of 1.0 micrometers. Moreover, in order to improve the storage capacity per volume with the miniaturization of a cassette, it is necessary to carry out lamination of the whole magnetic-recording medium, and to carry out lamination also of the magnetic layer inevitably for this reason. Furthermore, since write-in magnetic flux generated from the magnetic head in order to raise recording density must be made into minute area and the magnetic head has also been miniaturized, the amount of generating magnetic flux will fall, but also in order to produce perfect flux reversal by the above minute magnetic flux and to cheat, it is necessary to carry out lamination of the magnetic layer.

[0007] However, although how for the surface roughness of a nonmagnetic base material to affect a magnetic layer front face, to fall the solid content concentration of a magnetic coating when carrying out lamination only of the problem of being easy to degrade front-face nature and magnetic layer monolayer of a magnetic layer, or to reduce coverage can be considered if the thickness of a magnetic layer is reduced Therefore, the restoration nature of **, and the defect at the time of spreading or magnetic powder does not improve to such technique, and there is a problem of weakening paint film reinforcement. For this reason, when carrying out lamination of the magnetic layer by amelioration of a medium manufacturing technology, an under coat is prepared between a nonmagnetic base material and a magnetic layer, and while this under coat is in a damp or wet condition, the so-called simultaneous multistory spreading method which applies the upper magnetic layer is proposed (JP,63-187418,A, JP,63-191315,A, JP,5-73883,A, JP,5-217148,A, JP,5-298653,A, etc.).

[0008] By improvement in such a spreading technique, thin layer spreading whose thickness of a magnetic layer is about 1.0 micrometers was attained, and problems, such as loss of power by ***** demagnetization, have been improved by the improvement of this thin layer spreading technique and the aforementioned

magnetic powder with the essential technical problem of longitudinal record.

[0009]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, improvement in these magnetism powder and a medium manufacturing technology has also reached the limitation mostly in current. As long as needlelike magnetic powder is used especially about amelioration of magnetic powder, about 0.1 micrometers of grain size are a limit practically. Because, when it atomizes rather than this, it is because specific surface area becomes remarkably large and it becomes remarkably difficult saturation magnetization not only to fall, but to distribute magnetic powder in a binder.

[0010] About coercive force, record is in a possible situation by technical **** of the magnetic head also to the medium which has high coercive force further. In especially a longitudinal recording method, in order that record elimination may prevent the loss of power by record and playback demagnetization as much as possible by the magnetic head, as for coercive force, it is desirable to make it as high as possible. Therefore, it is a realistic approach for raising the recording density of a magnetic-recording medium, and the most effective approach is forming a magnetic-recording medium into high coercive force.

[0011] Moreover, in order to reduce the effect of the loss of power by the record and playback demagnetization which are the essential technical problem of longitudinal record, as for the thickness of a magnetic layer, it is effective to make it still thinner, but as long as the above mentioned grain size uses the needlelike magnetic powder which is about 0.1 micrometers, a limitation is generated also in the thickness of a magnetic layer. Because, therefore, on the average, a needlelike particle is located in a line with longitudinal orientation so that the needlelike direction may become in parallel to the field inboard of a medium, but since distribution of a particle has distribution, the particle located in a line so that the needlelike direction may become vertical to a medium side also exists. If such a particle exists, the surface smooth nature of a medium will be spoiled and it will become the cause of noise buildup. Such a problem becomes more serious, so that the thickness of a magnetic layer becomes thin.

[0012] Furthermore, although it is necessary to dilute a magnetic coating with the organic solvent of a large quantity when it is going to carry out lamination of the magnetic layer In order to be easy to produce condensation of a magnetic coating with the needlelike magnetic powder which the former atomized and to evaporate the organic solvent of a large quantity at the time of desiccation, The stacking tendency of magnetic powder tends to fall, and by the tape-like medium which is longitudinal record, even if a stacking tendency is bad and carries out lamination, there is a problem that it becomes difficult to acquire an expected magnetic parametric performance for aggravation of a stacking tendency and aggravation of front-face nature. Therefore, in longitudinal record, as long as that it is effective making thickness of a magnetic layer thin when raising a recording characteristic uses the conventional needlelike magnetic powder in spite of ** or intermediary ****, it is in a difficult situation to obtain the spreading mold magnetic-recording medium which carried out lamination of the thickness of a magnetic layer further.

[0013] In addition, among the magnetic powder by which the conventional proposal is made, particle shape is tabular and, as for barium ferrite magnetism powder, the magnetic powder of an about 50nm particle is known as a grain size (for example, JP,60-50323,B, JP,6-18062,B, etc.). The configuration and grain size of this barium ferrite magnetism powder are suitable for obtaining a thin layer spreading mold magnetic-recording medium compared with needlelike magnetic powder. However, since barium ferrite magnetism powder is an oxide, saturation magnetization cannot obtain the saturation magnetization more than 12.6 microwattb/g like a needlelike metal or alloy magnetism powder theoretically about [7.5 microwatts / at most] by b/g. For this reason, if barium ferrite magnetism powder is used, even if it can obtain the thin spreading mold magnetic-recording medium of the thickness of a magnetic layer, since flux density is low, an output is low, and it is not suitable for a high density magnetic-recording medium. Needlelike magnetic powder which this is a reason and described above as magnetic powder for high recording density magnetic-recording media until now

is that of the mainstream and intermediary ****.

[0014] As explained above, in the lamination of the magnetic layer which is the effective technique for raising the recording density of a magnetic-recording medium, it becomes a very important technical problem to maintain the coercive force of magnetic powder and saturation magnetization to the highest possible value, and to make grain size small. If its attention is first paid to the magnetic properties of the conventional magnetic powder in order to conquer this technical problem, since the present needlelike magnetic powder is based on the shape anisotropy according [the origin of coercive force] to a needlelike configuration, a theoretical limitation exists in high coercive force-ization. That is, in shape anisotropy, the magnitude of a magnetic anisotropy is expressed with $2\pi I_s$ (here, I_s is saturation magnetization), and is proportional to saturation magnetization. Therefore, with the needlelike magnetic powder based on shape anisotropy in the origin of coercive force, coercive force also becomes large, so that saturation magnetization becomes large.

[0015] Since a Fe/Co ratio shows maximum in the Fe-Co alloy of the 70/30 neighborhood as the saturation magnetization of a metal and an alloy is well known from the friction mark-TAPO-ring curve for example, coercive force will also show maximum in the above-mentioned presentation. It is in a situation with the Fe-Co alloy magnetism powder difficult [198.9 kA/m extent which is the present coercive force theoretically as long as needlelike magnetic powder is used as it mentioned already, although already put in practical use] for being a limitation and acquiring high coercive force further with such a Fe/Co ratio needlelike [the 70/30 neighborhood]. Moreover, with such needlelike magnetic powder, it is not suitable for the magnetic-recording medium of thin layer spreading.

[0016] Moreover, the magnitude of the magnetic anisotropy in shape anisotropy is expressed with $2\pi I_s$ as above-mentioned, when the needlelike ratio (particle die length / particle diameter) of magnetic powder is about five or more, a multiplier is expressed with about 2π , but an anisotropy will be extinguished if a multiplier will become small rapidly if a needlelike ratio becomes less than five, and it becomes spherical. That is, as long as a magnetic material like Fe metal or a Fe-Co alloy is used as magnetic powder, theoretically as a configuration of magnetic powder, the actual condition does not obtain a needlelike configuration fake colander.

[0017] In order to realize the breakthrough of a spreading mold magnetic-recording medium in view of the above-mentioned situation, this invention Creation of the new magnetic powder with which the ways of thinking with the above-mentioned conventional magnetic powder completely differ is based on the idea of being indispensable. It is using this magnetic powder. (I) -- completely different new magnetic powder from the conventional magnetic powder as magnetic powder for magnetic-recording media which has the magnetic layer which carried out lamination -- developing -- (II) -- The spreading mold magnetic-recording medium of the thin layer field which has the ***** magnetic properties in nothing profit with the conventional needlelike magnetic powder is realized. (III) It aims at obtaining the magnetic-recording medium which has far excellent record reproducing characteristics compared with the spreading mold magnetic-recording medium which used the above-mentioned conventional magnetic powder.

[0018]

[Means for Solving the Problem] The property of magnetic powder required in order that this invention person may raise the recording density of the spreading mold magnetic-recording medium which has a thin layer magnetic layer by leaps and bounds to the above-mentioned object is ***** about the researches and developments about the manufacture approach which was suitable for retrieval of a raw material and a magnetic-recording medium under the fundamental guide in which it is as following (1) - (6).

[0019] (1) It is the range in which record elimination by the magnetic head is possible, and is high coercive force as much as possible.

(2) It is the magnetic powder which made the subject the iron which exists in abundance in [have the largest saturation magnetization in a single element, and] resource.

(3) In order to obtain high saturation magnetization, they are a metal, an alloy, or compound magnetism powder.

(4) Particle shape is a configuration where it is near in the shape of [from which specific surface area serves as min] a ball.

(5) It is the range which can maintain saturation magnetization and is a particle as much as possible.

(6) It is the magnetic powder with which an one direction turns into an easy direction of magnetization and which has uniaxial magnetic anisotropy.

[0020] The place which examined the magnetic powder with which this invention person fills all the above-mentioned guides, The rare earth-iron-boron system magnetism powder of a certain specific configuration of the shape of granular thru/or an ellipse in the range of 5-200nm average grain size which used rare earth, iron, and boron as the configuration element at least It finds out that the outstanding high density magnetic-recording medium is obtained by filling all of these guides uniquely and making a thin layer spreading mold magnetic-recording medium constitute using this rare earth-iron-boron system magnetism powder. Moreover, for the magnetic-recording medium with the granular rare earth-iron-boron system magnetism powder of the above-mentioned specific configuration which used this in spite of were, having carried out and having been the magnetic powder of an ellipse-like ultrafine particle, it is ***** clearly that it is that from which high coercive force and high flux density are obtained easily.

[0021] Furthermore, since it became possible [flux reversal with it] for the above granular magnetic-recording media which are, and it carries out, and is an ellipse-like, and used the magnetic powder of a particle with a very small grain size and a flux reversal field became narrow, it was also found out compared with the magnetic-recording medium which used the magnetic powder of the conventional needlelike configuration that the more excellent recording characteristic is acquired. [the small therefore magnetic interaction between magnetic powder and] [rapid] Moreover, for the magnetic-recording medium of this invention, it is ** and ** that the recording characteristic which whose effect of demagnetization by the anti-field also decreased, and was excellent in the medium with the thickness of a magnetic layer thin in this way with the coercive force of 80 kA/m extent is shown although especially effectiveness is demonstrated when the thickness of a magnetic layer is as thin as 0.3 micrometers or less.

[0022] Moreover, when it is the still more nearly following configurations in such a magnetic-recording medium, it is ** and ** that outstanding ***** can be demonstrated. That is, in the latest high recording density-ization, a digital storage system is becoming in use and it is required also for the magnetic-recording medium side that an error rate should be low. From this viewpoint, the under coat containing inorganic powder and a binder of at least one layer is prepared on (A) nonmagnetic base material. Prepare a magnetic layer on it and set average thickness of this magnetic layer to 0.3 micrometers or less. (B) The easy direction of magnetization of the (C) magnetic layer which sets anisotropy field distribution of a magnetic layer as the fixed range is made into a longitudinal direction. The coercive force of a longitudinal direction for an application as which especially (D) short wavelength property of 80 - 400 kA/m and a square shape ratio being set to 0.6 to 0.9, and making it saturation magnetic flux density set to 0.1-0.5T is required Make it into an easy direction of magnetization perpendicularly in a magnetic layer side, and if 60 - 320 kA/m and a square shape ratio are set to 0.5 to 0.8 and it is made for saturation magnetic flux density to be set to 0.1-0.5T, vertical coercive force It is ** and ** that it is obtained by the conventional magnetic-recording medium, and the magnetic-recording medium for the digital storage of an inside ***** property is obtained.

[0023] Furthermore, it is ** and ** that it is desirable for the easy direction of magnetization to be distributed at random in (E) magnetic layer side, and for 60 - 380 kA/m and a square shape ratio to be set to 0.4 to 0.7, and to make it saturation magnetic flux density set [coercive force] it 0.1-0.5T also in which direction of vertical in the direction and magnetic layer side of arbitration within a magnetic layer side when using a magnetic-recording medium with a disc-like gestalt. Since orientation of the magnetic powder is mechanically carried out in the specific direction, when a certain non-orientation-ized processing in which this is prevented is required and ***** uses the magnetic powder of this invention by the magnetic-recording medium using the

conventional needlelike magnetism powder here, there is a big advantage that such non-orientation-ized processing becomes unnecessary.

[0024] Moreover, in the system by which the shortest record wavelength adopts short wavelength record of 1.0 micrometers or less for high density record, this invention person found out that high power was obtained, when the surface roughness of the magnetic layer using the magnetic powder of (F) above was made for a P-V value to be set to 50nm or less by optical interference type three-dimensions surface roughness as a result of advancing amelioration about the magnetic-recording medium of the above-mentioned thin layer spreading, in order to obtain high power. Furthermore, since the aforementioned magnetic powder does not almost have the so-called thing [that machine orientation is carried out] magnetic powder carries out [the things] orientation to the field inboard of a magnetic layer in parallel in longitudinal orientation compared with the conventional needlelike magnetic powder, It is ** and ** that it is what can attain elasticity high to the cross direction which secures per good head required for the improvement in a property in the (G) helical scan such when [granular] examination is advanced in order are, to carry out and to employ the property of magnetic ellipse-like powder efficiently.

[0025]

[Embodiment of the Invention] As an object for high density spreading mold magnetic-recording media, with the needlelike iron cobalt alloy magnetism powder used conventionally The value of the coercive force of (1) is approaching the theoretical limitation among the above mentioned fundamental guides, and it is also related with the grain size of (5). If it atomizes from the present thing, it will become very difficult to carry out homogeneity distribution, and moreover, the greatest trouble is that it is impossible to realize the guide of (4) and (6) simultaneously intrinsically. It is because the origin of coercive force is based on the magnetic shape anisotropy by considering as a needlelike configuration, so uniaxial anisotropy will fall and coercive force will become small, if the needlelike ratio can be lowered only to about five but also lowers min rather than this.

[0026] this invention person is the viewpoint from which the magnetic powder based on the above-mentioned conventional magnetic shape anisotropy differs under the aforementioned fundamental guide. As a result of compounding various kinds of magnetic powder and investigating the magnetic anisotropy in order to aim at improvement in magnetic properties, with the rare earth-iron-boron system magnetic material used as the configuration element at least, rare earth, iron, and boron It is ** and ** that it is not necessary to make it a needlelike configuration, and is the granular thing in which is, carries out, and is made to discover the big coercive force to an one direction also as magnetic ellipse-like powder, and it deals since it has the big crystal magnetic anisotropy. In addition, the ratio of the diameter of a major axis and the diameter of a minor axis points out two or less thing, and, as for the magnetic powder of the shape of an ellipse said to this invention, the configuration is intrinsically different, as for the magnetic powder for the conventional magnetic-recording media.

[0027] Generally the rare earth-iron-boron magnetic material is known as an aperiodic-compass ingredient using the particle of subMIKURONO-DA by the powder metallurgy-approach. For example, the neodium-iron-boron system magnetic material for permanent magnets has the presentation expressed with $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, and has the very big coercive force of 800 or more kA/m. However, the coercive force of a magnetic-recording medium is determined in relation with a recording head, and since it is usually said that even about 1 of the saturation magnetic flux density of the magnetic head / magnetic-recording medium of about six coercive force can carry out magnetic recording, by the above, too high coercive force, record elimination by the magnetic head is impossible for it, and it cannot be used as magnetic powder for magnetic-recording media.

[0028] this invention person found out that it was effective to compare for [above] permanent magnets, and to lessen the addition of the rare earth elements to iron, and to make [many] the addition of boron, in order to acquire coercive force suitable as an object for magnetic-recording media based on the above mentioned guide.

Moreover, although it is known that the compound of the presentation expressed with $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ as mentioned above shows especially high coercive force, a rare earth-iron-boron magnetic material. Even when it replaced with Nd and samarium (Sm), a terbium (Tb), and an yttrium (Y) were used as rare earth elements, it also found this invention person that the coercive force of magnitude sufficient as an object for magnetic-recording media is acquired by considering as the above-mentioned configuration. That is, although neodymium has attracted attention as rare earth elements, this invention person shows clearly that rare earth elements other than neodymium can also be used for magnetic-recording media for the first time until now.

[0029] The reason the effectiveness same as an object for magnetic-recording media as neodymium is done so also about rare earth elements, such as samarium other than the neodymium known as an object for permanent magnets, a terbium, and an yttrium, is not clear. By guess, if grain size becomes very small as an object for magnetic-recording media, a surface effect will be emphasized, and it is thought whether to be because for a reaction with rare earth elements, boron, and transition metals to become active. Anyway, this invention person is the beginning and that of having succeeded in utilization as an object for the magnetic-recording media of a low coercive force field rather than the object for permanent magnets paying attention to the rare earth-iron-boron magnetic material which has so far attracted attention as an object for permanent magnets is a ***** thing developing the completely new ingredient field.

[0030] As a result of inquiring further based on the above-mentioned knowledge, this invention person by adding means, such as lessening the content of rare earth elements, from the presentation known as an ingredient for permanent magnets about the rare earth-iron-boron magnetic material. Furthermore, when [whose average grain size made into the structure which used metal iron or the iron alloy, and the outer layer part as the rare earth-iron-boron compound is 5-200nm / granular] it was, and carries out and considers as ellipse-like rare earth-iron-boron system magnetism powder, the core part of magnetic powder. It found out giving the magnetic parametric performance which showed high coercive force and was extremely excellent within limits with record elimination possible in which by the magnetic head as a spreading mold magnetic-recording medium of a thin layer field. Moreover, it is also ** and ** that high coercive force is easy to be acquired also in it when neodymium, samarium, a terbium, and an yttrium are used although at least one sort of elements chosen from an yttrium, an ytterbium, caesium, PURASEOJIUMU, samarium, a lanthanum, europium, neodymium, a terbium, etc. are used for the rare earth in this kind of magnetic powder.

[0031] If such specific rare earth-iron-boron system magnetism powder is applied to the spreading mold magnetic-recording medium of a thin layer field, high coercive force and high saturation magnetization can be attained simultaneously. That is, since the above-mentioned magnetic powder lessens the content of rare earth elements substantially or mainly contains metal iron or an iron alloy into the core part of magnetic powder, when the high saturation magnetization of this proper is obtained, especially metal iron or an iron alloy is used as a core part and this core part is used as an iron-cobalt alloy, the highest saturation magnetization is obtained. Moreover, since this metal iron or iron alloy does not have shape anisotropy, if it can come and is independent, coercive force becomes low, but if this is made to contain a small amount of rare earth and boron, coercive force will increase substantially. Or when metal iron or an iron alloy is used as a core part and the outer layer part which subsumes this core part is used as a rare earth-iron-boron compound, since it has coercive force with this expensive compound, high coercive force is shown as the magnetic whole powder, the saturation magnetization of the above-mentioned compound itself is comparatively low but in this case, and since the high saturation magnetization of metal iron or an iron alloy is maintained, high saturation magnetization and high coercive force are attained simultaneously after all.

[0032] Thus, the particulate structure which the magnetic anisotropy of metal iron or an iron alloy and the magnetic anisotropy of a rare earth-iron-boron compound unify by the magnetic interaction, and the above-mentioned specific rare earth-iron-boron system magnetism powder used for this invention becomes from a core part and an outer layer part especially shows the behavior as the single magnetic substance also with the

same ***** , and it is thought by it that outstanding magnetic properties are demonstrated. this invention person first finds out that two or more sorts of magnetic anisotropies join together by the magnetic interaction, and unify inside such a particle, and this can call it the epoch-making thing which smashes the conventional common sense.

[0033] Moreover, this invention person found out that the magnetic properties which were excellent in the magnetic layer could be attained, when average grain size was 5-200nm, as a result of examining the grain size of the above-mentioned rare earth-iron-boron system magnetism powder. With the conventional needlelike magnetic powder, in order to maintain high coercive force, since ***** mainly has [about 0.1 micrometers] the origin of coercive force in a crystal anisotropy to a limitation, average grain size can make [average grain size] it a particle to 5nm extremely, and the above-mentioned magnetic powder of this invention can demonstrate the magnetic properties which were excellent also as such a particle. As an especially desirable average grain size, 8nm or more is 10nm or more more preferably.

[0034] If the average grain size of the above-mentioned magnetic powder is too large, while the restoration nature of the magnetic powder in the inside of a magnetic layer will fall, when lamination of the magnetic layer is carried out, and front-face nature is reduced and it considers as a magnetic-recording medium further, the particle noise resulting from the magnitude of a particle becomes large. Therefore, it needs to be referred to as 200nm or less as an average grain size, and 100nm or less is 50nm or less more preferably. Thus, if it sets up, very high restoration nature is obtained and can attain the outstanding saturation magnetic flux density.

[0035] In addition, in this description, the average grain size of magnetic powder surveys grain size of the photograph taken by one 100,000 times the scale factor of this with the transmission electron microscope (TEM), and is called for with the average of 500 pieces.

[0036] In the above-mentioned rare earth-iron-boron system magnetism powder used for this invention, there are transition metals, such as Mn, Zn, nickel, Cu, and Co, as an alloy kind in the case of considering as an iron alloy among the metal iron contributed to high saturation magnetization, or an iron alloy. Also in it, Co and nickel are desirable, and since especially Co can improve saturation magnetization most, it is desirable. As an amount of the above-mentioned transition-metals element, it is desirable to consider as five to 50 atom % to iron, and it is more desirable to consider as ten to 30 atom %.

[0037] moreover, the amount of the rare earth which constitutes a rare earth-iron-boron compound -- the inside of the magnetic whole powder, and iron -- receiving -- 0.2 to 20 atom % -- desirable -- 0.3 to 15 atom % -- more -- desirable -- 0.5 to 10 atom % -- it is -- moreover, the amount of this boron -- the inside of the magnetic whole powder, and iron -- receiving -- 0.5 to 30 atom % -- desirable -- one to 25 atom % -- it is two to 20 atom % more preferably. The above-mentioned both atoms % is a value measured by X-ray fluorescence. By considering as the amount of the above-mentioned rare earth and boron, association by the magnetic interaction of two or more sorts of magnetic anisotropies really [firmer / intermediary] turns inside a particle, and the coercive force of 80 - 400 kA/m optimal as magnetic powder for high performance magnetic-recording media is acquired.

[0038] Below, the particle shape of the above-mentioned rare earth-iron-boron system magnetism powder is explained from the viewpoint of the property for forming the dispersibility and the thin layer magnetic layer of a magnetic coating. First, with the conventional needlelike magnetic powder, although grain size is made small for improvement in a recording characteristic, such as noise reduction, consequently, if an interaction with an intermediary with a large specific surface area and a binder becomes large inevitably, and it becomes difficult to obtain a uniform dispersing element at the time of the distribution to a binder and it dilutes by the organic solvent of a large quantity for thin layer spreading, it will become easy to produce condensation of magnetic powder, and a stacking tendency and front-face nature will deteriorate. There is a limitation in the grain size of the magnetic powder which can be used as a spreading mold magnetic-recording medium from this.

[0039] On the other hand, it is, and it carries out, and is an ellipse-like and the above-mentioned rare earth-iron-boron system magnetism powder used for this invention can take the configuration near the globular

form with granular particle shape from which specific surface area serves as min. For this reason, it is ** and ** that it is what can prepare the magnetic coating which was suitable especially when distribution became easy and thin layer spreading of the magnetic layer was carried out, even if the interaction with a binder was small, the fluidity of a magnetic coating was good compared with the conventional magnetic powder and magnetic powder formed floc. Moreover, it is ** and ** for it to be fully able to use as the result also as about 5nm which described average grain size above.

[0040] Moreover, in order to reduce the effect of the loss of power by the record and playback demagnetization which are the essential technical problem of longitudinal record, it is effective to make thickness of a magnetic layer thin, but as long as grain size uses the needlelike magnetic powder which is about 0.1 micrometers, a limitation is generated also in the thickness of a magnetic layer. Because, by field orientation, a needlelike particle is located in a line so that the needlelike direction may become in parallel to the field inboard of a medium on the average, but since this orientation has distribution, the particle distributed so that the needlelike direction might become vertical to a medium side also exists. If such a particle exists, needlelike magnetic powder will project from a magnetic layer front face, will spoil the front-face nature of a medium, and will become the cause of increasing a noise remarkably. Since this problem becomes so remarkable that the thickness of a magnetic layer becomes thin, as long as needlelike magnetic powder is used, the thickness of a magnetic layer is about 0.3 micrometers or less, and it is difficult for the actual condition to produce a paint film with a smooth front face.

[0041] Moreover, when an under coat is prepared between a nonmagnetic base material and a magnetic layer for the lamination of a magnetic layer, In the simultaneous multistory method of application applied on an under coat, the magnetic coating with which an under coat contains needlelike magnetism powder in the inside of a damp or wet condition since magnetic powder is dragged by the under coat -- the interface of a magnetic layer -- an under coat -- needlelike magnetism powder -- a projection -- being easy -- further -- orientation -- turbulence -- while an easy intermediary and a desired square shape ratio are not obtained, the smooth nature on the front face of a magnetic layer is made to fall It is considered one and intermediary **** of the factor of hindrance to which this also performs densification by thin layer spreading at the time of using needlelike magnetism powder.

[0042] On the other hand, the rare earth-iron-boron system magnetism powder used for this invention Since the thing with grain size being not only small but granular particle shape for which it is, and it carries out and the configuration near ***** and a globular form is taken by the shape of an ellipse is also possible, When not producing the phenomenon in which a particle projects from the front face of a magnetic layer like needlelike magnetic powder and preparing an under coat, it can reduce that magnetic powder projects in an under coat compared with needlelike magnetism powder, and surface smooth nature can form a very good magnetic layer. Moreover, although the problem to which the magnetic flux from a magnetic layer becomes small, consequently an output falls will be produced if the thickness of a magnetic layer becomes thin Since the thing with granular particle shape for which it is, and it carries out and the configuration near a globular form is taken by the shape of an ellipse is also possible, compared with needlelike magnetic powder, the above-mentioned magnetic powder used for this invention tends to carry out high restoration of the magnetic powder into a magnetic layer, consequently also has the big advantage that high flux density is easy to be obtained.

[0043] Furthermore, speaking of saturation magnetization, the magnetic-substance part which a metal or alloy magnetism powder contributes to saturation magnetization by the rate of the scaling layer which will not contribute to an intermediary with a large specific surface area and saturation magnetization if grain size generally becomes small becoming large becomes small. That is, saturation magnetization also becomes small as grain size becomes small. This inclination is remarkable especially in needlelike magnetic powder, and saturation magnetization becomes [major-axis length] small rapidly bordering on near 0.1 micrometer. One and intermediary **** of a factor reduction of such saturation magnetization also decides the limitation of an

usable grain size to be. On the other hand, since [that the above-mentioned rare earth-iron-boron system magnetism powder used for this invention has granular particle shape] it is an ellipse-like, when it was, it carried out, and the same volume compares, specific surface area serves as min, and in spite of being a particle, it becomes possible to maintain high saturation magnetization.

[0044] In this invention, expressing the configuration of rare earth-iron-boron system magnetism powder as "the shape of granular thru/or an ellipse" means mostly that ***** is also good in which configuration included in it including all from a grain-like thing to an ellipse-like thing (that is, since almost granular also the thing of the in-between configuration to the shape of an ellipse implication). That is, in order to distinguish from "it being needlelike", it considers as such an expression. [which it is a configuration of the conventional magnetic powder] also in the above-mentioned configuration, specific surface area is the smallest -- spherical -- it is, and it carries out and an ellipse-like thing is desirable. This configuration is observable like the case of grain size with a scanning electron microscope.

[0045] As mentioned above, the above-mentioned rare earth-iron-boron system magnetism powder used for this invention finds out that especially excellent record reproducing characteristics are acquired, when it is intrinsically suitable for saturation magnetization, coercive force, grain size, and all the particle shape obtaining a thin layer magnetic layer and the magnetic-recording medium whose average thickness of a magnetic layer is 0.3 micrometers or less is produced using this. In order to improve the property in a high recording density field also in the above-mentioned magnetic powder in the magnetic-recording medium whose average thickness of a magnetic layer is 0.3 micrometers or less, it is desirable to use that 10-25 microwatts of whose saturation magnetization are b/g.

[0046] In addition, in this description, a sample oscillatory type magnetometer is used for the coercive force and the saturation magnetization of magnetic powder, and they mean the value after amendment by the authentic sample when measuring by impression field 1273.3 kA/m at 25 degrees C.

[0047] The rare earth-iron-boron system magnetism powder used for this invention can be manufactured by the following approaches. First, rare earth ion, such as neodium and samarium, and iron ion or this, the water solution that contains transition-metals ion, such as Mn, Zn, nickel, Cu, and Co, as occasion demands, and an alkali water solution are mixed, and the coprecipitate of rare earth and iron, or the this and the above-mentioned transition metals is generated. An iron sulfate, iron nitrate, etc. are used for the raw material of rare earth ion and iron ion, or transition-metals ion. Next, a boron compound is added to the above-mentioned coprecipitate, this is heat-treated at 60-400 degrees C, and the oxide of the rare earth and iron (or this and the above-mentioned transition metals) containing boron is generated.

[0048] The above-mentioned boron compound serves also as the operation as a fusing agent (flux) for carrying out crystal growth to the target grain size, preventing extreme sintering of a particle, while it is the supply origin of boron. although such a boron compound especially is not what is limited -- H_3BO_3 and BO_2 etc. -- it is used preferably. Moreover, although a boron compound is also mixable by the solid state to a coprecipitate, after carrying out dissolution mixing of the boron, making it dry in the suspension of a coprecipitate and removing water so that boron may be mixed with a coprecipitate by homogeneity, the magnetic powder of physical properties with better heat-treating is obtained.

[0049] Next, the above-mentioned heat-treatment object is rinsed and excessive boron is removed, it is made to dry, and among reducing atmosphere, such as hydrogen, if heating reduction is carried out at 400-800 degrees C, rare earth-iron-boron system magnetism powder will be obtained. Although other elements may be included for [, such as corrosion resistance,] improvement, as for the rare earth in the magnetic whole powder, and the amount of boron, it is desirable that they are 0.2 to 20 atom % and 0.5 to 30 atom % to iron, respectively even in this case.

[0050] Moreover, iron ion or this, the water solution that contains transition-metals ion, such as Mn, Zn, nickel, Cu, and Co, as occasion demands, and an alkali water solution are first mixed as a different approach from the

above, and the coprecipitate of iron, or the this and the above-mentioned transition metals is generated. An iron sulfate, iron nitrate, etc. are used for the raw material of iron ion or transition-metals ion also in this case. Next, rare earth salt and boron compounds, such as neodium and samarium, are added to this coprecipitate, this is heat-treated at 60-400 degrees C, and the oxide of the rare earth and iron (or this and the above-mentioned transition metals) containing boron is generated. Subsequently, if excessive boron is removed and heating reduction is carried out in hydrogen gas at said this appearance, rare earth-iron-boron system magnetism powder will be obtained. A core part is mainly an iron alloy with metal iron or the above-mentioned transition metals, and this approach is suitable for obtaining the rare earth-iron-boron system magnetism powder of the structure where an outer layer part is mainly a rare earth-iron-boron compound. In addition, also in this approach, although corrosion resistance etc. can also include other elements in magnetic powder for improvement, it is desirable [the rare earth in the magnetic whole powder and the amount of boron] that they are 0.2 to 20 atom % and 0.5 to 30 atom % to iron, respectively even in this case.

[0051] In the magnetic-recording medium of this invention , a magnetic layer be form by use the above-mentioned rare earth-iron-boron system magnetism powder , prepare the magnetic coating which further usually come to carry out distributed mixing of additives , such as an abrasive material , a dispersant , and lubricant , the carbon black , etc. into an organic solvent with this magnetic powder and binder , apply without mind through the under coat which mention this magnetic coating later on a nonmagnetic base material , and dry .

[0052] The combination of the at least one sort and polyurethane resin which are chosen from vinyl chloride resin, vinyl chloride-vinyl acetate copolymerization resin, vinyl chloride-vinyl alcohol copolymerization resin, vinyl chloride-vinyl acetate-maleic-anhydride copolymerization resin, vinyl chloride-hydroxyl-group content alkyl acrylate copolymerization resin, a nitrocellulose, etc. is mentioned to the binder used for a magnetic layer. Also in it, it is desirable to use together vinyl chloride-hydroxyl-group content alkyl acrylate copolymerization resin and polyurethane resin. There are polyester polyurethane, polyether polyurethane, polyether polyester polyurethane, polycarbonate polyurethane, polyester polycarbonate polyurethane, etc. in polyurethane resin.

[0053] In order to improve the dispersibility of magnetic powder and to raise restoration nature, as for these binders, what has a functional group is desirable. a functional group -- ***** -- COOM -- SO -- three -- M -- OSO -- three -- M -- P=O -- (-- OM --) -- three -- O-P=O -- (-- OM --) -- two (M is a hydrogen atom, alkali metal, or an amine) -- OH -- NR -- two -- N -- + -- R -- three (R is hydrogen or a hydrocarbon group) -- an epoxy group -- etc. -- mentioning -- having . When using together two or more sorts of resin, it is desirable to make a functional group in agreement, and it is desirable to make it in agreement by SO3 M set especially.

[0054] It is usually good 5 · 50 weight section and to consider as the rate of 10 · 35 weight section preferably to the magnetic powder 100 weight section as amount of these binders used. When using vinyl chloride system resin as a binder and especially using 5 · 30 weight section and polyurethane resin, it is good to consider as the rate of 2 · 20 weight section, and it is most desirable to use combining these resin at an above-mentioned operating rate.

[0055] It is desirable to use together the thermosetting cross linking agent which is combined with the functional group contained in a binder, and constructs a bridge with these binders. As this cross linking agent, various kinds of poly isocyanates, such as a resultant of what has two or more hydroxyl groups, such as tolylene diisocyanate, hexamethylene di-isocyanate, isophorone diisocyanate, etc. and these isocyanates, trimethylol propane, and a condensation product of the above-mentioned isocyanates, are desirable. These cross linking agents are usually used at a rate of 15 · 70 weight section to the binder 100 weight section.

[0056] In order to improve the reinforcement of a magnetic layer, it is desirable to use the abrasive material of a high degree of hardness. alpha-alumina of 90% or more of rates of pregelatinization, beta-alumina, silicon carbide, chrome oxide, cerium oxide, alpha-ferrous oxide, corundum, a synthetic diamond, silicon nitride, silicon carbide, a CHITANKA-cutting tool, titanium oxide, a silicon dioxide, the boron nitride of a with a Mohs

hardness of six or more ingredient, etc. are independent to this abrasive material, or are combined and used for it. Moreover, the complex (for example, thing which carried out surface treatment of a certain abrasive material by other abrasive materials) of these abrasive materials may be used. Also in these, it is desirable to use especially an alumina particle and there is "UB40B" etc. by "AKP-10" by Sumitomo Chemical Co., Ltd., "AKP-12", "AKP-15", "AKP-30", "AKP-50", "HIT-82", "HIT-60", and the Kamimura industrial company in a commercial item.

[0057] As for the grain size of these abrasive materials, it is desirable that it is 0.01-1 micrometer. As occasion demands, it can be used combining the abrasive material from which grain size differs, or an independent abrasive material can also make particle size distribution large, and can also give the same effectiveness. Although any of the shape of a needle, a globular shape, and a die are sufficient, since what has an angle in a part of configuration is high, as for polish nature, it is [the configuration of these abrasive materials] desirable. It is usually good 6 - 20 weight section and to make the amount of these abrasive materials used into 8 - 15 weight section from a viewpoint of a magnetic parametric performance and head dirt preferably to the magnetic powder 100 weight section.

[0058] In case the magnetic coating containing magnetic powder or a binder is prepared as the addition approach of abrasive materials including alumina powder, in kneading processes and preliminary churning processes, such as a kneader, apart from the approach and the magnetic coating which add abrasive materials, such as alumina powder, directly, the dispersion liquid of abrasive materials, such as alumina powder, are prepared beforehand, and the approach of adding these dispersion liquid separately in magnetic coatings is mentioned. If it says from the point of productivity, it is desirable especially to adopt the former without the need of establishing another process.

[0059] As one of the additives of a magnetic layer, a dispersant is used preferably. In a dispersant, an alkylene oxide system, a glycerol system, a glycidol system, The Nonion system surfactants, such as an alkylphenol ethyleneoxide adduct, An annular amine and ester amide, quarternary ammonium salt, a hydantoin derivative, Cation system surfactants, such as heterocycles, phosphonium, or sulfonium, Amphoteric surface active agents, such as a sulfuric acid of the anion system surfactant containing acidic groups, such as a carboxylic acid, a sulfonic acid, phosphoric acid, a sulfate radical, and a phosphoric ester radical, amino acid, aminosulfonic acid, and amino alcohol or phosphoric ester, and an alkyl BEDAIN mold, are used.

[0060] As other dispersants, Ti system dispersant, P system dispersant, etc. can be used. as the TI system dispersant -- "PUREN act KR-38S" by Ajinomoto Co., Inc., "this KR-TTS", and "this KR-46B" -- "-- this KR-55" and "this KR-41B" -- "-- said KR-138S" -- "-- said KR-238S" -- "-- titanate system coupling agents, such as this KR-44" and "this KR-9SA", are mentioned. Moreover, as a P system dispersant, there are alkyl phosphoric ester, such as phosphoric acid monomethyl, phosphoric acid dimethyl, phosphoric acid monoethyl, and phosphoric acid diethyl, and aromatic series phosphoric acids, such as phenylphosphonic acid, and "GARFAC RS410" by the chemistry company, "JP-502" by the Johoku chemical-industry company, "JP-508", etc. are mentioned as a commercial item east.

[0061] As one more of the additives of a magnetic layer, lubricant is used preferably. Conventionally, it is independent, or two or more sorts can use a well-known fatty acid, fatty acid ester, a fatty acid amide, a fatty acid metal salt, a hydrocarbon, etc. for this lubricant, mixing to it. Also in these, it is desirable to use the fatty acid of 12-24 preferably ten or more carbon numbers. Such a fatty acid softens contact between medium-heads in initial wear, reduces coefficient of friction, and is contributed to reduction of head dirt while a part sticks to magnetic powder and helps the dispersibility of magnetic powder. As such a fatty acid, although which structure of a straight chain, branching, partial saturation, and saturation is sufficient, the straight chain system which is excellent in lubricative ability is desirable. As such a fatty acid, a lauric acid, a myristic acid, stearin acid, a palmitic acid, oleic acid, isostearic acid, etc. are mentioned, for example.

[0062] As amount of the above-mentioned additive used, it is desirable to consider as 0.5 - 5 weight section to

the magnetic powder 100 weight section in a dispersant, and it is more desirable to consider as 1 · 4 weight section. Moreover, it is desirable to consider as 0.2 · 10 weight section to the magnetic powder 100 weight section with lubricant, such as a fatty acid, and it is more desirable to consider as 0.5 · 5 weight section.

[0063] It is desirable to use carbon black for lowering of coefficient of friction of a magnetic layer and electrification prevention. As such carbon black, the furnace for rubber, Sir Mull for rubber, the black for colors, acetylene black, etc. are mentioned. These carbon black has that good 0.1 · 10 % of the weight and whose tap density 2-10, and water content are [specific surface area / 5-500m²/g and DBP oil absorption / 10-400ml / 100g, and particle diameter] 0.1-1g/cc for 5-400nm and pH. As a commercial item, Colon Bianca-Bonn "SEVACARB-MTCl", "Thermax Powder N-991" by Cancarb, Ltd., etc. can be mentioned. It is good to usually consider as 3 or less % of the weight of a rate to magnetic powder as amount of these carbon black used.

[0064] As an organic solvent used for preparation of a magnetic coating, a lubricant solution, etc., all the organic solvents currently used from the former can be used in formation of a magnetic layer. For example, a hexane besides alcohols solvents, such as carbonate system solvents, such as acetic-ester system solvents, such as ketones, such as aromatic solvents, such as benzene, toluene, and a xylene, an acetone, a cyclohexanone, a methyl ethyl ketone, and methyl isobutyl ketone, ethyl acetate, and butyl acetate, dimethyl carbonate, and diethyl carbonate, ethanol, and isopropanol, a tetrahydrofuran, dimethylformamide, etc. are mentioned.

[0065] It is desirable to be able to use a well-known coating production process from the former, and to use together a kneading process and a primary distribution process especially according to a kneader etc. on the occasion of formation of a magnetic layer and the below-mentioned under coat. using a sand mill at a primary distribution process -- an improvement of the dispersibility of magnetic powder -- a front face -- since description is controllable, it is desirable. It is desirable to use the zirconia beads of a high degree of hardness as a distributed medium at this primary distribution process. that from which zirconia beads are obtained with ordinary temperature isotropic pressure shaping (CIP law) or elevated-temperature isotropic pressure shaping (the HIP method) -- desirable -- the inside of it -- theoretical density -- near, a sand mill, etc. -- strong distribution -- a line intermediary -- a bead -- a crack -- hard -- the zirconia beads by the HIP method wear takes place to homogeneity are the most desirable. "TORESERAMU" by Toray Industries, Inc., "JIRUKONIABO-RU" by Nihon Kagaku Togyo Co., Ltd., etc. are mentioned to such zirconia beads. Moreover, as for distributed time amount, it is desirable to adjust suitably in the range for 30 · 100 minutes by the residence time of a coating.

[0066] Thus, as magnetic properties of the magnetic layer containing each above-mentioned component of the magnetic powder formed, a binder, and others, when an easy axis is a longitudinal direction, the coercive force of a longitudinal direction is especially 95 · 320 kA/m 80 to 400 kA/m, and 0.1-0.5T, and that it is especially 0.2-0.4T have desirable saturation magnetic flux density. Moreover, in the case of a perpendicular direction, an easy axis is [vertical coercive force] especially 70 · 300 kA/m 60 to 320 kA/m to a magnetic layer, and 0.1-0.5T, and that it is especially 0.2-0.5T have desirable saturation magnetic flux density. Furthermore, by the magnetic-recording medium over which the easy axis is distributed at random in a magnetic layer side, to the direction and magnetic layer side of arbitration within a magnetic layer side, also in vertical any, coercive force is especially 70 · 300 kA/m 60 to 380 kA/m, and 0.1-0.5T, and that it is especially 0.2-0.4T have desirable saturation magnetic flux density. Here, the above-mentioned magnetic properties are the values after the reclamation when measuring what stuck and united the sample which uses a sample oscillatory-type fluxmeter, says the measured value in 25 degrees C and external magnetic field 1273.3 kA/m like the case of magnetic powder, and has the 20th page of a magnetic layer side for the diameter of 8mm.

[0067] When it considers as a magnetic-recording medium as stated above, saturation magnetization with more nearly needlelike magnetic bigger powder is not required of the rare earth-iron-boron system magnetism powder used for this invention. When a signal is recorded on a magnetic-recording medium, as for this field, it is desirable [the flux reversal field within a medium] to make it as narrow as possible in order not to contribute to an output. However, with the conventional needlelike magnetic powder based on magnetic shape

anisotropy in the origin of coercive force, if the magnetic interaction between magnetic powder also becomes large and rapid flux reversal is performed so that saturation magnetization becomes large, since big magnetostatic energy will be accumulated, the flux reversal field width of face which needs to perform flux reversal gradually, consequently does not contribute to an output becomes large. On the other hand, with the rare earth-iron-boron system magnetism powder used for this invention, since the origin of coercive force is based on the crystal magnetic anisotropy and flux reversal with it happens, a flux reversal field becomes narrow and an output also with comparatively low big saturation magnetization is obtained. [the small consequently magnetic interaction between magnetic powder and] [rapid]

[0068] In this invention, in order to solve the problem of the loss of power by ***** demagnetization with the essential technical problem of longitudinal record as average thickness of a magnetic layer, 0.01-0.3 micrometers especially of 0.3 micrometers or less of the property are preferably demonstrated notably, when it considers as a 0.01-0.2-micrometer thin layer more preferably. In addition, the thickness of a magnetic layer is decided by relation with the record wavelength to be used, and when the shortest record wavelength applies to a system 1.0 micrometers or less, the effectiveness of this invention is demonstrated especially notably. For example, it is desirable to set average thickness of a magnetic layer to about 0.2 micrometers in the system for which shortest record wavelength of 0.6 micrometers like DLT-4 is used, and it is desirable to be referred to as about 0.1 micrometers in the system for which shortest record wavelength like DDS3 which is 0.33 micrometers is used. Thus, it is desirable to apply this invention to the system for which to consider as the magnetic layer thickness of a super-thin layer is needed. In addition, when productivity is taken into consideration, as for the minimum of the average thickness of a magnetic layer, it is desirable to be referred to as 0.01 micrometers or more.

[0069] Moreover, in this invention, it is desirable as anisotropy field distribution of a magnetic-recording medium to carry out to 0.6 or less by the magnetic-recording medium of a longitudinal direction. By carrying out like this, the dispersibility and the stacking tendency of magnetic powder of this invention can be improved, by the same coercive force, the output of ***** in short wavelength can improve and an error rate can be improved. [of a particle] Moreover, in order to depend for anisotropy field distribution on the stacking tendency of magnetic powder, the value of anisotropy field distribution also usually becomes small so that the stacking tendency of magnetic powder improves, but compared with the conventional needlelike magnetic powder, since grain-size distribution is good, the magnetic powder used for this invention has the description that good anisotropy field distribution is shown also in random orientation.

[0070] Furthermore, when the shortest record wavelength uses the magnetic-recording medium of this invention for a high density record system 1.0 micrometers or less, in order to achieve a high increase in power, it is desirable to make it a P-V value set to 50nm or less by optical interference type three-dimensions surface roughness, and it is more desirable to make it set to 40nm or less. With the conventional needlelike magnetism powder, when it considers as the magnetic-recording medium of the multistory configuration which prepared the under coat for lamination, as compared with painting a direct magnetic layer on a nonmagnetic base material, magnetic powder projection comes to be easy to an under coat, and magnetic powder does not carry out orientation to a magnetic layer front face in parallel by that cause, but it is easy to fall front-face nature. In this invention, it is, it carries out, and since [that the configuration of magnetic powder is granular] it is an ellipse-like, degradation of front-face nature is not brought about at the time of orientation. Average grain size extremely the magnetic powder of this invention with 5-200nm however, in spite of a particle Since it is hard to produce condensation of magnetic powder, ***** can also attain [the shortest record wavelength] high power by 1.0 micrometers or less conjointly with the property of the high coercive force which had the outstanding dispersibility, consequently could improve and described above the smooth nature of a magnetic layer side.

[0071] the surface roughness said to this invention -- a non-contact surface roughness measuring device "TOPO-3D" (product made from WYKO) -- an object head (40 times) -- setting -- the measurement wavelength

of 648.9nm, and measuring plane product 250micrometerx250micrometer -- it is -- an inclination, a bow, and cylinder amendment -- in addition, the surface roughness (P-V) of each point of measurement is measured from the average of four measurement counts, and it asks from the average of ten point of measurement.

[0072] Moreover, in a helical scan, since a magnetic-recording medium needs to coil around a cylinder and it is necessary to contact the magnetic head, in order to improve head contact, it is necessary to optimize the reinforcement of the longitudinal direction of a magnetic-recording medium, and the cross direction. Since it is designed so that the relative velocity of a magnetic tape and the magnetic head may become very high-speed while a helical scan especially also uses the head configuration of the magnetic head as an acute angle recently and enlarging the amount of pushing to a magnetic layer side, degradation of EMPERO-PU will be caused by aggravation of head contact. It is ** and ** that it is desirable to set the ratio [YTD/YMD] to the Young's modulus [YMD] of the longitudinal direction of crosswise Young's modulus [YTD] as 1.0-1.7 in order to improve the head contact to the magnetic head in the magnetic-recording medium of this invention from such a viewpoint.

[0073] While carrying out orientation so that the direction of a major axis may therefore become in parallel to the inside of a magnetic layer side in the machine orientation at the time of spreading since the conventional magnetic powder has the needlelike configuration, in order to obtain a high square shape ratio and to carry out field orientation to a longitudinal direction, the direction of a major axis serves as a ***** gestalt further at a longitudinal direction. therefore -- as the reinforcement of a magnetic layer -- inevitable -- a longitudinal direction -- the cross direction -- comparing -- high -- not becoming -- it does not obtain but the head contact to the magnetic head expected an isotropic thing is made to deteriorate On the other hand, since [that it is granular as magnetic powder] it is, and it carries out and magnetic ellipse-like powder is used, the magnetic-recording medium of this invention does not take an orientation gestalt from which machine orientation is hardly carried out compared with needlelike magnetic powder at the time of spreading, and magnetic powder becomes parallel in a magnetic layer side also in field orientation. Consequently, it can become possible to make crosswise reinforcement high, and said ratio can also be preferably set to 1.2-1.6. In addition, each aforementioned Young's modulus means 25 degrees C and the value in 0.3% elongation in 60%RH.

[0074] A more desirable property will be acquired, if the under coat of at least one layer is prepared between a nonmagnetic base material and a magnetic layer in this invention next in order to demonstrate better the outstanding surface smooth nature by the particle shape of magnetic powder when carrying out lamination of the magnetic layer. That is, according to said specific magnetic powder used for this invention, the surface smooth nature which was excellent in the fluidity of a magnetic coating, and whose leveling at the time of spreading improved and was excellent in the magnetic layer is attained, but if it applies on this under coat that prepared the under coat and the spreading property approximated on that occasion, the above-mentioned leveling improves more and the effect by the front-face nature of a nonmagnetic base material can also control rather than it applies directly on a nonmagnetic base material.

[0075] There are inorganic powder, a binder, lubricant, carbon black, etc. in the constituent of an under coat. Both nonmagnetic powder and magnetic powder can be used for inorganic powder. As nonmagnetic powder, alpha-alumina of 90% or more of rates of the formation of alpha-, peta-alumina, Gamma-alumina, alpha-ferrous oxide, TiO₂ (a rutile, anatase), and TiOx, Cerium oxide, the tin oxide, tungstic oxide, and ZnO and ZrO₂, SiO₂, Cr 2O₃, goethite, corundum, silicon nitride, It is independent, or they are used by a CHITANKA-cutting tool, magnesium oxide, boron nitride, molybdenum disulfide, copper oxide, MgCO₃, CaCO₃, BaCO₃, SrCO₃, BaSO₄, silicon carbide, titanium carbide, etc., combining. As magnetic powder, magnetic powder, such as gamma-Fe 2O₃, Co-gamma-Fe 2O₃, Fe alloy, CrO₂, and Ba ferrite, is used.

[0076] ***** of these inorganic powder is also good in a globular shape, a needle, and which a tabular configuration. If the particle size of inorganic powder is too large, since the front-face nature of an under coat

will fall and it will affect the front-face nature of a magnetic layer, it is desirable that it is 0.5 micrometers or less. Moreover, since cushion effect also falls while the holes which the restoration nature of the inorganic powder of an under coat goes up, and can hold lubricant will decrease in number, if too small, it is desirable that it is 0.05 micrometers or more. Since the amount of the inorganic powder used is the same as the above-mentioned particle size, it is desirable that it is [of the whole under coat] 70 - 80 % of the weight especially 60 to 90% of the weight.

[0077] It is good for the binder used for an under coat to use the same resin as the aforementioned binder which forms a magnetic layer, and to use the desirable binder of a magnetic layer and resin of the same kind. If it is made especially in agreement by the concomitant use system of vinyl chloride system resin and polyurethane resin, the elasticity of an under coat and a magnetic layer can become near, and the load from the magnetic head can be distributed good. Moreover, as for the binder of an under coat, it is desirable to have as of the same kind a functional group as the binder of a magnetic layer. Since extraction of the lubricant from an under coat to a magnetic layer will become smooth in the concomitant use system of vinyl chloride system resin and polyurethane resin especially while the adhesive property of both layers improves if a functional group is made in agreement by the under coat and the magnetic layer, it is desirable.

[0078] As for the amount of the binder used of an under coat, it is especially desirable to the inorganic powder 100 weight section 15 - 45 weight section and that it is 15 - 40 weight section. In addition, in order to raise the reinforcement of an under coat, it is also desirable to use together the thermosetting cross linking agent which is combined with the functional group contained in a binder, and constructs a bridge with the above-mentioned binder like the case of a magnetic layer. It is desirable to usually consider as 15 - 70 weight section to the above-mentioned binder 100 weight section as amount of the cross linking agent used.

[0079] Although the same lubricant as a magnetic layer can be used as lubricant used for an under coat, since a fatty acid is inferior to transudatory [to the upper layer] from fatty acid ester, it is independent in fatty acid ester, or it is desirable to use the addition ratio of fatty acid ester, enlarging it. the addition of the lubricant of an under coat -- the inorganic powder 100 weight section -- receiving -- usually -- 2 - 18 weight section -- it is preferably good 2.5 - 16 weight section and to consider as 2.5 - 14 weight section more preferably. As for the addition ratio of the fatty acid to an under coat, and fatty acid ester, it is desirable 0 / 100 - 60/40, and that it is especially 0 / 100 - 50/50 at a weight ratio. What is necessary is just to apply or spray a lubricant solution etc. on the front face of the under coat which added together on the occasion of mixing by the kneader of the coating for under coats etc., added before the above-mentioned mixing or to the back, or was formed beforehand, in order to include lubricant in an under coat.

[0080] As carbon black used for an under coat, it is desirable to use together carbon black with a particle size of 0.01-0.03 micrometers and carbon black with a particle size of 0.05-0.3 micrometers. The former carbon black is for securing the hole which holds lubricant like the case of a magnetic layer, and the latter carbon black is for aiming at improvement in the paint film reinforcement of an under coat, and coexistence of cushion effect. The addition of the carbon black to an under coat doubles both carbon black, and it is usually desirable 5 - 70 weight section and to consider as 15 - 40 weight section especially to the inorganic powder 100 weight section.

[0081] As carbon black with a particle size of 0.01-0.03 micrometers, there are "BLACK PEARLS 800" made from Cabot "Mogul-L" "VULCANXC-72" "Regal 660R" Colon Bianca-Bonn "Raven 1255", "Conductex SC", etc. Moreover, as carbon black with a particle size of 0.05-0.3 micrometers, there is "Termax Powder-N -991" etc. by "BLACK PEARLS 130" made from Cabot "Monarch 120" Colon Bianca-Bonn "Raven 450", "Raven 410", and Cancarb, Ltd.

[0082] Organic solvents, such as the same aromatic solvent as the case of a magnetic layer, ketones, an ester solvent, an alcohols solvent, and a hexane, a tetrahydrofuran, are used as a solvent for preparation of the coating for under coats, or a lubricant solution in formation of an under coat. Moreover, as for the average thickness of an under coat, it is desirable to be referred to as 0.1-10 micrometers, and it is more desirable to be

referred to as 0.5-5 micrometers. As for the average thickness of an under coat, it is desirable that they are 1.1 to 200 times to the average thickness of a magnetic layer, and it is more desirable that they are two to 50 times. [0083] In addition, in this description, each average thickness of a magnetic layer and an under coat is calculated from the average of five point of measurement when measuring the cross-section photograph which cut the magnetic-recording medium with the microtome and observed the cross section of the thickness direction by one 50,000 times the scale factor of this with the transmission electron microscope ten points at intervals of 1cm.

[0084] In this invention, each nonmagnetic base material for magnetic-recording media currently used from the former can be used as a nonmagnetic base material. Specifically, the plastic film which consists of polyester, such as polyethylene terephthalate and polyethylenenaphthalate, polyolefines, cellulose triacetate, a polycarbonate, a polyamide, polyimide, polyamidoimide, polysulfone, aramid, aromatic polyamide, etc. and whose thickness is usually 2-100 micrometers is used. When making overall thickness thin for high density record, also in order to make head contact to the magnetic head good also in these nonmagnetic base materials, it is desirable for the Young's modulus of crosswise 0.3% elongation to use the polyester system film and the poly AMITO system film which become two or less 22.0×10^9 N/m by two or more 6.0×10^9 N/m preferably two or more 5.0×10^9 N/m and which made crosswise reinforcement high. As for the surface roughness of a nonmagnetic base material, it is desirable to use that in which front-face nature differs from a magnetic layer by both-sides side when preparing the back coat layer later mentioned to the field of an opposite hand. It becomes easy to control the P-V value of a magnetic layer and a back coat layer by the difference of such front-face nature.

[0085] Since an adhesive property with an under coat is improved, a resin layer can also be prepared in a nonmagnetic base material. Polyester resin, polyurethane resin, etc. are mentioned as this resin layer. these -- resin -- inside -- **** -- COOM -- SO -- three -- M -- OSO -- three -- M -- P=O -- (-- OM --) -- three -- O-P=O -- (-- OM --) -- two (M is a hydrogen atom, alkali metal, or an amine) -- a functional group -- having -- resin -- nonmagnetic -- a base material -- an adhesive property -- being good -- while -- an under coat -- an adhesive property -- it can improve -- since -- especially -- being desirable . Moreover, such a resin layer is good also as a resin layer which has inorganic powder, such as a silica, because of blocking prevention. It is good that it is 0.01-0.08 micrometers as thickness of such a resin layer to usually be referred to as 0.1 micrometers or less at best especially preferably.

[0086] If the anisotropy of contraction of the nonmagnetic base material generated in the trial under an operating environment, especially hot environments is large, flattery nature will fall and it will be easy to produce a tracking error. For this reason, it is desirable in 1.5% or less and a longitudinal direction that 105 degrees C and the rate of a heat shrink for 30 minutes, i.e., the heat shrink after heat-treating for 30 minutes and cooling radiationally at 105 degrees C, are 1.0% or less in a lengthwise direction as a nonmagnetic base material. The above-mentioned rate of a heat shrink extracts respectively six test pieces with a width of face [of a nonmagnetic base material / of 10mm], and a die length of 300mm from MD/TD, measures the die length after heat-treating for 30 minutes and cooling in 105-degree C hot blast, and is called for as the average of [(die length after die-length-contraction of dimension) die length of /origin] x100(%).

[0087] In this invention, the well-known method of application is used from the former, such as gravure spreading, roll coating, blade spreading, and extrusion spreading, at the spreading process for forming an under coat and a magnetic layer on the above-mentioned nonmagnetic base material. In that case, after the method of application of an under coat and a magnetic layer carries out spreading desiccation of the under coat on a nonmagnetic base material, any of the multistory method of application and the simultaneous multistory method of application which applies an under coat and a magnetic layer simultaneously which applies a magnetic layer may be serially used for it. Considering leveling of the thin layer magnetic layer at the time of spreading, it is desirable especially to adopt the simultaneous multistory spreading method with which an

under coat applies a magnetic layer to the inside of a damp or wet condition. the simultaneous multistory spreading method above-mentioned with the conventional needlelike magnetic powder -- setting -- an interface with a magnetic layer -- turbulence -- being generated -- magnetic powder -- an under coat -- a projection -- being easy -- there is such no problem in this invention, and ***** can apply [the problem of being easy to reduce the front-face nature of a magnetic layer] the above-mentioned spreading method effectively.

[0088] To such a spreading method, JP,48-22605,A, JP,48-98803,A, Are indicated by JP,48-99233,A, JP,61-139929,A, etc. How to apply the coating for under coats by gravure spreading, roll coating, etc., and apply a magnetic coating using an extrusion mold spreading head with the gestalt which has a back roll on this under coat, After applying the coating for under coats, where a nonmagnetic base material is supported with the back up roll The approach of forcing and applying the extrusion mold spreading head which **** a magnetic coating in the meantime, the approach of applying with the extrusion mold spreading head of one apparatus which has two or more slits which **** the coating for under coats and a magnetic coating further, etc. are mentioned.

[0089] The magnetic-recording medium of this invention may prepare a back coat layer in the field of an opposite hand with the magnetic layer of a nonmagnetic base material. In order to raise reduction and the mechanical strength of coefficient of friction besides conductive carbon black to a back coat layer Alpha-Fe₂O₃ generally used as an abrasive material, and Fe₃O₄, TiO₂, graphite, CaO and SiO₂, Cr₂O₃, alpha-aluminum₂O₃, SiC, CaCO₃, BaSO₄, ZnO, MgO, boron nitride, TiC, ZnS and MgCO₃, and SnO₂ etc. -- inorganic nonmagnetic powder can be included. Moreover, dispersants, such as lubricant, such as a higher fatty acid, fatty acid ester, and silicone oil, and a surfactant, and other various additives can be included in a back coat layer as occasion demands.

[0090] Although the same thing as the binder of a magnetic layer can be used for the binder of a back coat layer, in order to reduce coefficient of friction and to raise performance traverse also in it, it is desirable to use together cellulose type resin and polyurethane resin. As for the amount of these binders used, it is desirable to usually consider as 15 - 200 weight section extent to carbon black or the inorganic nonmagnetic powder 100 weight section. In order to stiffen these binders, cross linking agents, such as the poly isocyanate compound, may be used together. Moreover, as average thickness of such a back coat layer, it is after calendering and it is desirable to be referred to as about 0.3-1.0 micrometers. If a back coat layer is too thick, the thickness of the whole magnetic-recording medium will become thick, if too thin, the front-face nature of a back coat layer will fall under the effect of the front-face nature of a nonmagnetic base material, the front face of a back coat layer is imprinted by the magnetic layer, and a magnetic parametric performance etc. tends to get worse.

[0091] In manufacture of the magnetic-recording medium of this invention, it is desirable after spreading desiccation to perform surface treatment by the calender which used the plus CHITSUKURO-RU metallurgy group roll. While being able to adjust the P-V value of a magnetic layer front face and a back coat layer front face by performing calender processing, whenever [restoration / of magnetic powder] can be raised and a residual magnetic flux density can be raised. As for especially processing temperature, it is usually good that it is [60 degrees C or more] 200 degrees C or less above 80 degrees C. As for especially the linear pressure force, it is usually good that 115 or more kN/m is 400 or less kN/m in 150 or more kN/m, and, as for a rate, it is good that it is [20-700m] a part for /. When it considers as the linear pressure of 190 or more kN/m at the processing temperature of 80 degrees C or more especially, the above-mentioned effectiveness can be heightened further.

[0092] Moreover, in manufacture of the magnetic-recording medium of this invention, aging after the above-mentioned calender processing is desirable. By aging, paint film hardening can progress and paint film reinforcement can be raised. Since the temperature of aging has a possibility of the volume tightness of a magnetic sheet becoming remarkable, and the surface roughness of a back coat layer imprinting, and degrading the front-face nature of a magnetic layer when it is too high, it is desirable to carry out below 70 degrees C. Moreover, it is desirable to carry out in the environment of RH 5 to 60% because of gas conditioning.

[0093] Furthermore, in order to remove the dust component on the front face of a magnetic layer leading to a

drop out, and in order to remove a part for the fragile site on the front face of a magnetic layer beforehand and to adjust the front-face nature of a magnetic layer further, it is desirable after spreading desiccation of a magnetic layer to carry out polish processing. Although there are blade processing and processing by the grinding wheel as polish processing, processing by the grinding wheel is more desirable than the point of productivity. Processing by the grinding wheel is indicated by JP,62-150519,A, JP,62-172532,A, JP,2-23521,A, etc. A ceramic, super-steel, sapphire, a diamond, etc. are mentioned as construction material used for the polish part of a wheel. Moreover, when using a grinding wheel, it is desirable to consider as **200% of range to a tape travel speed (a part for 50-300m/) as a peripheral speed of a wheel, and considering as 10-80 degrees is desirable as a contact angle to a wheel.

[0094]

[Example] Hereafter, the example of this invention is indicated and it explains more concretely. In addition, that it is in below with the section shall mean the weight section.

[0095] The iron nitrate (III) of 10.074 mols of examples and 0.002-mol nitric acid neodium were dissolved in 600 cc water. Apart from this nitrate water solution, the 0.222-mol sodium hydroxide was dissolved in 600 cc water. The above-mentioned nitrate water solution was added to the water solution of this sodium hydroxide, it agitated for 5 minutes, and the hydroxide (coprecipitate) of iron and neodium was generated. It filtered and the hydroxide was taken out, after rinsing this hydroxide. the condition in which this hydroxide contained water -- it is -- 30 more cc water and a 0.5-mol boric acid (H_3BO_3) -- in addition, the hydroxide of iron and neodium was re-distributed, heating at 60 degrees C in a boric acid water solution. These dispersion liquid were extended to the vat, it dried at 60 degrees C for 4 hours, water was removed, and the hydroxide which consists of iron and neodium, and the homogeneous mixture of a boric acid were obtained.

[0096] This mixture was cracked, and it put into the alumina crucible, heat-treated at 200 degrees C among air for 4 hours, and considered as the neodium-ferric acid ghost which boron combined. It serves also as the operation as a fusing agent (flux) for carrying out crystal growth to the target grain size, preventing extreme sintering of a particle on the occasion of this reaction, while a boric acid is the supply origin of boron. This heat-treatment object was rinsed, excessive boron was removed, and the neodium-ferric acid ghost particle which boron combined was taken out. Heating reduction was carried out at 450 degrees C among the hydrogen air current for 4 hours, and this oxide particle was used as neodium-iron-boron system magnetism powder. Then, where hydrogen gas is poured, it cooled to the room temperature, and it switched to nitrogen / oxygen mixed gas, temperature up of the temperature was again carried out to 60 degrees C, and the stabilizing treatment of 8 hours was taken out after ***** and in air among nitrogen / oxygen mixed-gas air current.

[0097] The content of boron [as opposed to 2.4 atoms % and iron in the content of the neodium to iron] is 9.1 atoms % in measurement by fluorescence X rays, and the obtained neodium-iron-boron system magnetism powder is *****. as a result of observing with a transmission electron microscope (scale factor: 100,000 times), this magnetic powder is almost spherical as shown in drawing 1 -- it is -- carrying out -- an ellipse-like particle -- it is -- average grain size -- 25nm -- *****. Moreover, 16.6 microwatt, the saturation magnetization which impressed and measured the field of 1273.3 kA/m is 191.8 kA/m, and b/g and coercive force are *****.

[0098] Neodium-iron-boron system magnetism powder was manufactured like the example 1 except having changed the addition of example 2 nitric acid neodium into 0.008 mols from 0.002 mols. The content of boron [as opposed to 8.2 atoms % and iron in the content of the neodium to iron] is 8.3 atoms % in measurement by fluorescence X rays, and this magnetic powder is *****. moreover, almost spherical like an example 1, when this magnetic powder is observed with a transmission electron microscope (scale factor: 100,000 times) -- it is -- carrying out -- an ellipse-like particle -- average grain size -- 30nm -- *****. Furthermore, 15.0 microwatt, the saturation magnetization which impressed and measured the field of 1273.3 kA/m is 219.6 kA/m, and b/g and coercive force are *****.

[0099] The iron nitrate (III) of 30.140 mols of examples and 0.002-mol nitric acid neodium were dissolved in 200

cc water. Apart from this nitrate water solution, the 0.42-mol sodium hydroxide was dissolved in 200 cc water. The water solution of the above-mentioned sodium hydroxide was added to the above-mentioned nitrate water solution, it agitated for 5 minutes, and the hydroxide of iron and neodium was generated. It filtered and the hydroxide was taken out, after rinsing this hydroxide. It is in the condition in which this hydroxide contained water, 150 more cc water and a 0.1-mol boric acid were added, and the hydroxide of iron and neodium was re-distributed in the boric-acid water solution. After heat-treating these dispersion liquid at 90 degrees C for 2 hours, it rinsed, the excessive boric acid was removed, it dried at 60 degrees C for 4 hours, and the hydroxide which consists of iron containing a boric acid and neodium was obtained.

[0100] Heating reduction was carried out at 450 degrees C among the hydrogen air current for 4 hours, and this hydroxide was used as neodium-iron-boron system magnetism powder, after carrying out heating dehydration at 300 degrees C for 2 hours, among air and. Then, where hydrogen gas is poured, it cooled to the room temperature, and it switched to nitrogen / oxygen mixed gas, temperature up of the temperature was again carried out to 60 degrees C, and the stabilizing treatment of 8 hours was taken out after ***** and in air among nitrogen / oxygen mixed-gas air current.

[0101] The content of boron [as opposed to 1.3 atoms % and iron in the content of the neodium to iron] is 5.1 atoms % in measurement by fluorescence X rays, and the obtained neodium-iron-boron system magnetism powder is *****. this magnetic powder is almost spherical like an example 1, as a result of observing with a transmission electron microscope (scale factor: 100,000 times) -- it is -- carrying out -- an ellipse-like particle -- it is -- average grain size -- 15nm -- *****. Moreover, 16.1 microwatt, the saturation magnetization which impressed and measured the field of 1273.3 kA/m is 162.3 kA/m, and b/g and coercive force are *****.

[0102] Neodium-iron-boron system magnetism powder was manufactured like the example 3 except having changed the addition of example 4 nitric-acid neodium into 0.001 mols from 0.002 mols. The content of boron [as opposed to 0.7 atoms % and iron in the content of the neodium to iron] is 6.3 atoms % in measurement by fluorescence X rays, and this magnetic powder is *****. moreover, almost spherical like an example 1, when this magnetic powder is observed with a transmission electron microscope (scale factor: 100,000 times) -- it is -- carrying out -- an ellipse-like particle -- average grain size -- 15nm -- *****. Furthermore, 16.8 microwatt, the saturation magnetization which impressed and measured the field of 1273.3 kA/m is 173.5 kA/m, and b/g and coercive force are *****.

[0103] The iron nitrate (III) of 50.140 mols of examples was dissolved in 200 cc water. Apart from this nitrate water solution, the 0.42-mol sodium hydroxide was dissolved in 200 cc water. The water solution of the above-mentioned sodium hydroxide was added to the above-mentioned nitrate water solution, it agitated for 5 minutes, and the iron hydroxide was generated. It filtered and the hydroxide was taken out, after rinsing this hydroxide. It is in the condition in which this hydroxide contained water, 150 more cc water, 0.002 mols nitric-acid neodium, and a 0.2-mol boric acid were added, and the hydroxide of iron and neodium was re-distributed in neodium ion and the water solution of a boric acid. These dispersion liquid were extended to the vat, it dried at 60 degrees C for 4 hours, water was removed, and the homogeneous mixture of the hydroxide and boric acid which consist of iron and neodium was obtained.

[0104] This mixture was cracked, and it put into the AKUMINA crucible, heat-treated at 200 degrees C among air for 4 hours, and considered as the neodium-ferric acid ghost which boron combined. This heat-treatment object was rinsed, excessive boron was removed, and the neodium-ferric acid ghost particle which boron combined was taken out. Heating reduction was carried out at 450 degrees C among the hydrogen air current for 4 hours, and this oxide particle was used as neodium-iron-boron system magnetism powder. Then, where hydrogen gas is poured, it cooled to the room temperature, and it switched to nitrogen / oxygen mixed gas, temperature up of the temperature was again carried out to 60 degrees C, and the stabilizing treatment of 8 hours was taken out after ***** and in air among nitrogen / oxygen mixed-gas air current.

[0105] The content of boron [as opposed to 0.9 atoms % and iron in the content of the neodium to iron] is 7.9

atoms % in measurement by fluorescence X rays, and the obtained neodymium-iron-boron system magnetism powder is *****. this magnetic powder is almost spherical like an example 1, as a result of observing with a transmission electron microscope (scale factor: 100,000 times) -- it is -- carrying out -- an ellipse-like particle -- it is -- average grain size -- 30nm -- *****. Moreover, 17.7 microwatt, the saturation magnetization which impressed and measured the field of 1273.3 kA/m is 146.4 kA/m, and b/g and coercive force are *****.

[0106] Neodymium-iron-boron system magnetism powder was manufactured like the example 5 except having changed into 0.005 mols the amount of the nitric-acid neodymium added with example 6 boric acid from 0.002 mols. The content of boron [as opposed to 1.6 atoms % and iron in the content of the neodymium to iron] is 5.6 atoms % in measurement by fluorescence X rays, and this magnetic powder is *****. moreover, almost spherical like an example 1, when this magnetic powder is observed with a transmission electron microscope (scale factor: 100,000 times) -- it is -- carrying out -- an ellipse-like particle -- average grain size -- 25nm -- *****. Furthermore, 16.7 microwatt, the saturation magnetization which impressed and measured the field of 1273.3 kA/m is 157.6 kA/m, and b/g and coercive force are *****.

[0107] The iron nitrate (III) of 70.140 mols of examples and 0.002-mol nitric-acid samarium were dissolved in 200 cc water. Apart from this nitrate water solution, the 0.42-mol sodium hydroxide was dissolved in 200 cc water. The water solution of the above-mentioned sodium hydroxide was added to the above-mentioned nitrate water solution, it agitated for 5 minutes, and the hydroxide of iron and samarium was generated. It filtered and the hydroxide was taken out, after rinsing this hydroxide. It is in the condition in which this hydroxide contained water, 150 more cc water and a 0.1-mol boric acid were added, and the hydroxide of iron and samarium was re-distributed in the boric-acid water solution. After heat-treating these dispersion liquid at 90 degrees C for 2 hours, it rinsed, the excessive boric acid was removed, it dried at 60 degrees C for 4 hours, and the hydroxide which consists of iron containing a boric acid and samarium was obtained.

[0108] Heating reduction was carried out at 450 degrees C among the hydrogen air current for 4 hours, and this hydroxide was used as samarium-iron-boron system magnetism powder, after carrying out heating dehydration at 300 degrees C for 2 hours, among air and. Then, where hydrogen gas is poured, it cooled to the room temperature, and it switched to nitrogen / oxygen mixed gas, temperature up of the temperature was again carried out to 60 degrees C, and the stabilizing treatment of 8 hours was taken out after ***** and in air among nitrogen / oxygen mixed-gas air current.

[0109] The content of boron [as opposed to 1.2 atoms % and iron in the content of the samarium to iron] is 5.6 atoms % in measurement by fluorescence X rays, and the obtained samarium-iron-boron system magnetism powder is *****. this magnetic powder is almost spherical like an example 1, as a result of observing with a transmission electron microscope (scale factor: 100,000 times) -- it is -- carrying out -- an ellipse-like particle -- it is -- average grain size -- 15nm -- *****. Moreover, 16.5 microwatt, the saturation magnetization which impressed and measured the field of 1273.3 kA/m is 156.0 kA/m, and b/g and coercive force are *****.

[0110] Samarium-iron-boron system magnetism powder was manufactured like the example 7 except having changed the addition of example 8 nitric-acid samarium into 0.001 mols from 0.002 mols. The content of boron [as opposed to 0.7 atoms % and iron in the content of the samarium to iron] is 7.1 atoms % in measurement by fluorescence X rays, and this magnetic powder is *****. moreover, almost spherical like an example 1, when this magnetic powder is observed with a transmission electron microscope (scale factor: 100,000 times) -- it is -- carrying out -- an ellipse-like particle -- average grain size -- 20nm -- *****. Furthermore, 17.7 microwatt, the saturation magnetization which impressed and measured the field of 1273.3 kA/m is 164.7 kA/m, and b/g and coercive force are *****.

[0111] The iron nitrate (III) of 90.140 mols of examples and 0.002-mol nitric-acid samarium were dissolved in 200 cc water. Apart from this nitrate water solution, the 0.42-mol sodium hydroxide was dissolved in 200 cc water. The water solution of the above-mentioned sodium hydroxide was added to the above-mentioned nitrate water solution, it agitated for 5 minutes, and the hydroxide of iron and samarium was generated. It filtered and

the hydroxide was taken out, after rinsing this hydroxide. It is in the condition in which this hydroxide contained water, and 50 more cc water and a 0.5-mol boric acid are added, and the hydroxide of iron and samarium was re-distributed in the boric-acid water solution, heating at 60 degrees C. These dispersion liquid were extended to the vat, it dried at 60 degrees C for 4 hours, water was removed, and the homogeneous mixture of the hydroxide and boric acid which consist of iron and samarium was obtained.

[0112] This homogeneous mixture was cracked, and it put into the alumina crucible, heat-treated at 200 degrees C among air for 4 hours, and considered as the samarium-ferric acid ghost which boron combined. Heating reduction was carried out at 450 degrees C among the hydrogen air current for 4 hours, and the hydroxide which consists of iron containing this boric acid and samarium was used as samarium-iron-boron system magnetism powder, after carrying out heating dehydration at 300 degrees C for 2 hours, among air and. Then, where hydrogen gas is poured, it cooled to the room temperature, and it switched to nitrogen / oxygen mixed gas, temperature up of the temperature was again carried out to 60 degrees C, and the stabilizing treatment of 8 hours was taken out after ***** and in air among nitrogen / oxygen mixed-gas air current.

[0113] The content of boron [as opposed to 1.4 atoms % and iron in the content of the samarium to iron] is 9.5 atoms % in measurement by fluorescence X rays, and the obtained samarium-iron-boron system magnetism powder is *****. this magnetic powder is almost spherical like an example 1, as a result of observing with a transmission electron microscope (scale factor: 100,000 times) -- it is -- carrying out -- an ellipse-like particle -- it is -- average grain size -- 25nm -- *****. Moreover, 16.7 microwatt, the saturation magnetization which impressed and measured the field of 1273.3 kA/m is 183.0 kA/m, and b/g and coercive force are *****.

[0114] The iron nitrate (III) of 100.098 mols of examples, a 0.042 mols cobalt nitrate, and 0.002-mol nitric-acid neodium were dissolved in 200 cc water. Apart from this nitrate water solution, the 0.42-mol sodium hydroxide was dissolved in 200 cc water. The water solution of the above-mentioned sodium hydroxide was added to the above-mentioned nitrate water solution, it agitated for 5 minutes, and the hydroxide of iron, cobalt, and neodium was generated. It filtered and the hydroxide was taken out, after rinsing this hydroxide. It is in the condition in which this hydroxide contained water, 150 more cc water and a 0.1-mol boric acid were added, and the hydroxide of iron, cobalt, and neodium was re-distributed in the boric-acid water solution. After heat-treating these dispersion liquid at 90 degrees C for 2 hours, it rinsed, the excessive boric acid was removed, it dried at 60 degrees C for 4 hours, and the hydroxide which consists of the iron and cobalt containing a boric acid, and neodium was obtained.

[0115] Heating reduction was carried out at 450 degrees C among the hydrogen air current for 4 hours, and this hydroxide was used as neodium-iron-cobalt-boron system magnetism powder, after carrying out heating dehydration at 300 degrees C for 2 hours, among air and. Then, where hydrogen gas is poured, it cooled to the room temperature, and it switched to nitrogen / oxygen mixed gas, temperature up of the temperature was again carried out to 60 degrees C, and the stabilizing treatment of 8 hours was taken out after ***** and in air among nitrogen / oxygen mixed-gas air current.

[0116] The content of boron [as opposed to 40.1 atoms % and iron in the content of cobalt / as opposed to 1.9 atoms % and iron in the content of the neodium to iron] is 7.5 atoms % in measurement by fluorescence X rays, and the obtained neodium-iron-cobalt-boron system magnetism powder is *****. this magnetic powder is almost spherical like an example 1, as a result of observing with a transmission electron microscope (scale factor: 100,000 times) -- it is -- carrying out -- an ellipse-like particle -- it is -- average grain size -- 20nm -- *****. Moreover, 19.7 microwatt, the saturation magnetization which impressed and measured the field of 1273.3 kA/m is 174.3 kA/m, and b/g and coercive force are *****.

[0117] Neodium-iron-cobalt-boron system magnetism powder was manufactured like the example 10 except having changed the addition of example 11 iron nitrate (III) into 0.126 mols from 0.098 mols, and having changed the addition of a cobalt nitrate into 0.014 mols from 0.042 mols. The content of boron [as opposed to 10.8 atoms % and iron in the content of cobalt / as opposed to 1.5 atoms % and iron in the content of the

neodmium to iron] is 6.1 atoms % in measurement by fluorescence X rays, and this magnetic powder is *****. moreover, almost spherical like an example 1, when this magnetic powder is observed with a transmission electron microscope (scale factor: 100,000 times) -- it is -- carrying out -- an ellipse-like particle -- average grain size -- 15nm -- *****. Furthermore, 18.0 microwatt, the saturation magnetization which impressed and measured the field of 1273.3 kA/m is 173.5 kA/m, and b/g and coercive force are *****.

[0118] The addition and the production process manufactured samarium-iron-cobalt-boron system magnetism powder like the example 10 except having replaced with example 12 nitric-acid neodmium, and having used nitric-acid samarium. The content of boron [as opposed to 41.6 atoms % and iron in the content of cobalt / as opposed to 1.8 atoms % and iron in the content of the samarium to iron] is 8.0 atoms % in measurement by fluorescence X rays, and this magnetic powder is *****. moreover, almost spherical like an example 1, as a result of observing this magnetic powder with a transmission electron microscope (scale factor: 100,000 times) -- it is -- carrying out -- an ellipse-like particle -- average grain size -- 20nm -- *****. Furthermore, 19.3 microwatt, the saturation magnetization which impressed and measured the field of 1273.3 kA/m is 183.0 kA/m, and b/g and coercive force are *****.

[0119] The addition and the production process manufactured samarium-iron-cobalt-boron system magnetism powder like the example 10 except having replaced with example 13 nitric-acid neodmium, having used nitric-acid samarium, and having changed the addition of iron nitrate (III) into 0.112 mols from 0.098 mols, and having changed the addition of a cobalt nitrate into 0.028 mols from 0.042 mols, respectively. The content of boron [as opposed to 26.0 atoms % and iron in the content of cobalt / as opposed to 1.6 atoms % and iron in the content of the samarium to iron] is 7.1 atoms % in measurement by fluorescence X rays, and this magnetic powder is *****. moreover, almost spherical like an example 1, when this magnetic powder is observed with a transmission electron microscope (scale factor: 100,000 times) -- it is -- carrying out -- an ellipse-like particle -- average grain size -- 20nm -- *****. Furthermore, 18.6 microwatt, the saturation magnetization which impressed and measured the field of 1273.3 kA/m is 169.5 kA/m, and b/g and coercive force are *****.

[0120] It replaced with the cobalt nitrate of 140.042 mols of examples, and neodmium-iron-cobalt-nickel-boron system magnetism powder was manufactured like the example 10 except having changed into a 0.035 mols cobalt nitrate and 0.007-mol nickel nitrate. The content of boron [as opposed to 6.8 atoms % and iron in the content of nickel / as opposed to 33.9 atoms % and iron in the content of cobalt / as opposed to 1.8 atoms % and iron in the content of the neodmium to iron] is 7.7 atoms % in measurement by fluorescence X rays, and this magnetic powder is *****. moreover, almost spherical like an example 1, when this magnetic powder is observed with a transmission electron microscope (scale factor: 100,000 times) -- it is -- carrying out -- an ellipse-like particle -- average grain size -- 20nm -- *****. Furthermore, 17.5 microwatt, the saturation magnetization which impressed and measured the field of 1273.3 kA/m is 160.8 kA/m, and b/g and coercive force are *****.

[0121] The iron nitrate (III) of 10.140 mols of examples of a comparison and 0.002-mol nitric-acid neodmium were dissolved in 200 cc water. Apart from this nitrate water solution, the 0.42-mol sodium hydroxide was dissolved in 200 cc water. The water solution of the above-mentioned sodium hydroxide was added to the above-mentioned nitrate water solution, it agitated for 5 minutes, and the hydroxide of iron and neodmium was generated. It filtered and the hydroxide was taken out, after rinsing this hydroxide. After drying this hydroxide at 60 degrees C for 4 hours, heating dehydration was carried out at 300 degrees C among air for 2 hours, and subsequently, heating reduction was carried out at 450 degrees C among the hydrogen air current for 4 hours, and it considered as neodmium-iron system magnetism powder. Then, where hydrogen gas is poured, it cooled to the room temperature, and it switched to nitrogen / oxygen mixed gas, temperature up of the temperature was again carried out to 60 degrees C, and the stabilizing treatment of 8 hours was taken out after ***** and in air among nitrogen / oxygen mixed-gas air current.

[0122] Thus, the content of the neodmium to iron is 1.4 atoms % in measurement by fluorescence X rays, and the

obtained neodymium-iron system magnetism powder is *****. the result of having observed this magnetic powder with the transmission electron microscope (scale factor: 100,000 times) -- the particle of a grain-like infinite form -- it is -- the large range from about 50nm to several 100nm -- cotton **** -- uneven grain-size distribution is shown and the particle 200nm or more also existed. It is thought that the particle with such big sizes was selectively produced by sintering between particles. Moreover, 16.2 microwatt, the saturation magnetization which impressed and measured the field of 1273.3 kA/m is 78.0 kA/m, and b/g and coercive force are *****.

[0123] Neodymium-iron system magnetism powder was manufactured like the example 1 of a comparison except having changed the addition of example of comparison 2 nitric-acid neodymium into 0.005 mols from 0.002 mols. The content of the neodymium to iron is 3.3 atoms % in measurement by fluorescence X rays, and this magnetic powder is *****. Moreover, when this magnetic powder was observed with the transmission electron microscope (scale factor: 100,000 times), like the example 1 of a comparison, by the particle of a grain-like infinite form, uneven grain-size distribution was shown and the particle 200nm or more also existed. Moreover, 13.8 microwatt, the saturation magnetization which impressed and measured the field of 1273.3 kA/m is 83.6 kA/m, and b/g and coercive force are *****.

[0124] The addition and the production process manufactured samarium-iron system magnetism powder like the example 1 of a comparison except having replaced with example of comparison 3 nitric-acid neodymium, and having used nitric-acid samarium. The content of the samarium to iron is 3.0 atoms % in measurement by fluorescence X rays, and this magnetic powder is *****. Moreover, when this magnetic powder was observed with the transmission electron microscope (scale factor: 100,000 times), like the example 1 of a comparison, by the particle of a grain-like infinite form, uneven grain-size distribution was shown and the particle 200nm or more also existed. Moreover, 15.3 microwatt, the saturation magnetization which impressed and measured the field of 1273.3 kA/m is 85.9 kA/m, and b/g and coercive force are *****.

[0125] The addition and the production process manufactured iron system magnetism powder like the example 1 of a comparison using example of comparison 4 nitric-acid neodymium except inside ****. Clearly, sintering between particles is the particle of an infinite form submicron in a **** intermediary cage and grain size, and this magnetic powder is *****. as a result of observing with a transmission electron microscope (scale factor: 100,000 times). Moreover, 24.6 microwatt, the saturation magnetization which impressed and measured the field of 1273.3 kA/m is 2.4 kA/m, and b/g and coercive force are *****.

[0126] It replaced with the iron nitrate (III) of 50.140 mols of examples of a comparison, 0.098 mols iron nitrate (III) and a 0.042-mol cobalt nitrate were used, and the addition and the production process manufactured iron-cobalt system magnetism powder like the example 1 of a comparison using nitric-acid neodymium except inside ****. The content of the cobalt to iron is 41.4 atoms % in measurement by fluorescence X rays, and this magnetic powder is *****. Moreover, as a result of observing this magnetic powder with a transmission electron microscope (scale factor: 100,000 times), like the magnetic powder of the example 4 of a comparison, sintering between particles is the particle of an infinite form submicron in a **** intermediary cage and grain size, and it is ***** clearly. Moreover, 28.6 microwatt, the saturation magnetization which impressed and measured the field of 1273.3 kA/m is 4.0 kA/m, and b/g and coercive force are *****.

[0127] The addition and the production process manufactured iron-boron system magnetism powder like the example 3 using example of comparison 6 nitric-acid neodymium except inside ****. The content of the boron to iron is 5.6 atoms % in measurement by fluorescence X rays, and this magnetic powder is *****. moreover, almost spherical, as a result of observing this magnetic powder with a transmission electron microscope (scale factor: 100,000 times) -- it is -- carrying out -- an ellipse-like particle -- average grain size -- 40nm -- *****. Furthermore, 18.2 microwatt, the saturation magnetization which impressed and measured the field of 1273.3 kA/m is 42.9 kA/m, and b/g and coercive force are *****.

[0128] The addition and the production process manufactured iron-cobalt-boron system magnetism powder like the example 10 using example of comparison 7 nitric-acid neodymium except inside ****. The content of boron [as

opposed to 42.0 atoms % and iron in the content of the cobalt to iron] is 6.1 atoms % in measurement by fluorescence X rays, and this magnetic powder is *****, moreover, almost spherical, when this magnetic powder is observed with a transmission electron microscope (scale factor: 100,000 times) -- it is -- carrying out -- an ellipse-like particle -- average grain size -- 30nm -- *****. Furthermore, 19.9 microwatt, the saturation magnetization which impressed and measured the field of 1273.3 kA/m is 70.0 kA/m, and b/g and coercive force are *****.

[0129] About each magnetic powder of the above examples 1-14 and the examples 1-7 of a comparison, the content (atomic %) to the iron of elements other than iron was collectively shown with the element configuration in a table 1. Moreover, diligent **** of the particle shape, grain size, coercive force, and the saturation magnetization was carried out about each above-mentioned magnetic powder at a table 2.

[0130]

表 1

	元素構成	鉄に対する含有量 (原子%)				
		Nd	Sm	Co	Ni	B
実施例 1	Nd-Fe-B	2.4	—	—	—	9.1
実施例 2	Nd-Fe-B	8.2	—	—	—	8.3
実施例 3	Nd-Fe-B	1.3	—	—	—	5.1
実施例 4	Nd-Fe-B	0.7	—	—	—	6.3
実施例 5	Nd-Fe-B	0.9	—	—	—	7.9
実施例 6	Nd-Fe-B	1.6	—	—	—	5.6
実施例 7	Sm-Fe-B	—	1.2	—	—	5.6
実施例 8	Sm-Fe-B	—	0.7	—	—	7.1
実施例 9	Sm-Fe-B	—	1.4	—	—	9.5
実施例 10	Nd-Fe-Co-B	1.9	—	40.1	—	7.5
実施例 11	Nd-Fe-Co-B	1.5	—	10.8	—	6.1
実施例 12	Sm-Fe-Co-B	—	1.8	41.6	—	8.0
実施例 13	Sm-Fe-Co-B	—	1.6	26.0	—	7.1
実施例 14	Nd-Fe-Co-Ni-B	1.8	—	33.9	6.8	7.7
比較例 1	Nd-Fe	1.4	—	—	—	—
比較例 2	Nd-Fe	3.3	—	—	—	—
比較例 3	Sm-Fe	—	3.0	—	—	—
比較例 4	Fe	—	—	—	—	—
比較例 5	Fe-Co	—	—	41.4	—	—
比較例 6	Fe-B	—	—	—	—	5.6
比較例 7	Fe-Co-B	—	—	42.0	—	6.1

[0131]

表 2

	粒子形状	粒子サイズ (nm)	保磁力 (kA/m)	飽和磁化 ($\mu\text{Wb/g}$)
実施例 1	球状ないし楕円状	25	191.8	16.6
実施例 2	球状ないし楕円状	30	219.6	15.0
実施例 3	球状ないし楕円状	15	162.3	16.1
実施例 4	球状ないし楕円状	15	173.5	16.8
実施例 5	球状ないし楕円状	30	146.4	17.7
実施例 6	球状ないし楕円状	25	157.6	16.7
実施例 7	球状ないし楕円状	15	156.0	16.5
実施例 8	球状ないし楕円状	20	164.7	17.7
実施例 9	球状ないし楕円状	25	183.0	16.7
実施例 10	球状ないし楕円状	20	174.3	19.7
実施例 11	球状ないし楕円状	15	173.5	18.0
実施例 12	球状ないし楕円状	20	183.0	19.3
実施例 13	球状ないし楕円状	20	169.5	18.6
実施例 14	球状ないし楕円状	20	160.8	17.5
比較例 1	不定形	50<	78.0	16.2
比較例 2	不定形	50<	83.6	13.8
比較例 3	不定形	50<	85.9	15.3
比較例 4	焼結	サブ μm	2.4	24.6
比較例 5	焼結	サブ μm	4.0	28.6
比較例 6	球状ないし楕円状	40	42.9	18.2
比較例 7	球状ないし楕円状	30	70.0	19.9

[0132] After kneading the coating component for under coats of the example 15 following with a kneader, distributed processing which made the residence time 60 minutes by the sand mill was performed, the poly isocyanate 6 section was added to this, churning filtration was carried out, and the coating for under coats was prepared. Apart from this, after kneading the following magnetic coating component (1) with a kneader, the residence time was distributed as 45 minutes by the sand mill, the following magnetic coating component (2) was added to this, churning filtration was carried out, and the magnetic coating was prepared.

[0133]

<Coating component for under coats> Titanium oxide powder (mean particle diameter: 0.035 micrometers) The 70 sections Titanium oxide powder (mean particle diameter: 0.1 micrometers) The ten sections Carbon black (mean particle diameter: 0.075 micrometers) The 20 sections Vinyl chloride system copolymer The ten sections (content:SO₃ Na radical : 0.7x10⁻⁴Eq/(g))

Polyester polyurethane resin The five sections (content:SO₃ Na radical : 1.0x10⁻⁴Eq/(g))

A methyl ethyl ketone The 130 sections Toluene The 80 sections A myristic acid The one section Butyl stearate The 1.5 sections Cyclohexanone The 65 sections [0134]

<Magnetic coating component (1)> Neodium-iron-boron system magnetism powder manufactured in the example 1 The 100 sections (the shape of an ellipse [25nm, particle shape: Atom / Nd/Fe:2.4 / %, atom / B/Fe:9.1 / %, coercive-force:191.8 kA/m, saturation magnetization: 16.6 microwatts b/g, average grain size : it is spherical. being and carrying out.])

Vinyl chloride-hydroxy propylacrylate copolymer The eight sections (content:SO₃ Na radical : 0.7x10⁻⁴Eq/(g))

Polyester polyurethane resin The four sections (content:SO₃ Na radical : 1.0x10⁻⁴Eq/(g))

alpha-alumina (mean particle diameter: 0.4 micrometers) The ten sections Carbon black (mean particle diameter: 100nm) The 1.5 sections A myristic acid The 1.5 sections Methyl ethyl ketone The 133 sections Toluene The 100 sections [0135]

<A magnetic coating component (2)> Stearin acid The 1.5 sections The poly isocyanate The four sections A cyclohexanone The 133 sections Toluene The 33 sections [0136] The polyethylene terephthalate film which is a nonmagnetic base material about the above-mentioned coating for under coats (105 degrees C and the rate of a heat shrink for 30 minutes 0.8% in a lengthwise direction) In a longitudinal direction, apply to 0.6% so that the thickness of the under coat after desiccation and calender processing may be set to 2 micrometers, and on this, the further above-mentioned magnetic coating so that the thickness of the magnetic layer after desiccation and calender processing may be set to 0.12 micrometers It applied and dried, impressing the field of 0.3T to a longitudinal direction.

[0137] Next, with the forming face of the under coat of this nonmagnetic base material, and a magnetic layer, the coating for back coat layers was applied to the reverse side side so that the thickness of the back coat layer after desiccation and calender processing might be set to 0.7 micrometers, and it dried. After a sand mill distributes the following coating component for back coat layers in residence-time 45 minutes, the coating for back coat layers adds the poly isocyanate 8.5 section, carries out churning filtration, and is prepared.

[0138]

<The coating component for back coat layers> Carbon black (mean particle diameter: 25nm) The 40.5 sections Carbon black (mean particle diameter: 370nm) The 0.5 sections A barium sulfate The 4.05 sections A nitrocellulose The 28 sections The polyurethane resin (SO₃ Na radical content) 20 section Cyclohexanone The 100 sections Toluene The 100 sections Methyl ethyl ketone The 100 sections [0139] Thus, the obtained magnetic sheet was mirror-plane-ization-processed in the five-step calender (temperature of 70 degrees C, linear pressure 150 kN/m), and where this is wound around a sheet core, it aged under 60 degrees C and 40%RH for 48 hours. Then, judging to 3.8mm width of face, and making it run this by part for 100m/, the magnetic layer front face was ground with the ceramic wheel (+150% of revolution measure, 30 degrees of contact angles), and the magnetic tape with a die length of 125m was produced. This magnetic tape was built into the cartridge and it considered as the tape for computers.

[0140] The tape for computers was obtained like the example 15 except having changed the thickness of the magnetic layer after example 16 desiccation and calender processing into 0.28 micrometers.

[0141] The tape for computers was obtained like the example 15 except having changed the thickness of the magnetic layer after example 17 desiccation and calender processing into 0.09 micrometers.

[0142] Neodmium-iron-boron system magnetism powder manufactured in the example 3 as magnetic powder in an example 18 magnetism coating component (coercive force: 162.3 kA/m) saturation magnetization: -- 16.1microwattb/g, average grain-size:15nm, and particle shape: -- while having been, carrying out and using the shape of an ellipse, the tape for computers was obtained like the example 15 except [spherical] having changed the thickness of the magnetic layer after desiccation and calender processing into 0.18 micrometers.

[0143] The tape for computers was obtained like the example 18 except having changed the thickness of the magnetic layer after example 19 desiccation and calender processing into 0.11 micrometers.

[0144] The tape for computers was obtained like the example 18 except having changed the thickness of the magnetic layer after example 20 desiccation and calender processing into 0.07 micrometers.

[0145] Samarium-iron-boron system magnetism powder manufactured in the example 7 as magnetic powder in an example 21 magnetism coating component (coercive force: 156.0 kA/m) saturation magnetization: -- 16.5microwattb/g, average grain-size:15nm, and particle shape: -- while having been, carrying out and using the shape of an ellipse, the tape for computers was obtained like the example 15 except [spherical] having changed the thickness of the magnetic layer after desiccation and calender processing into 0.12 micrometers.

[0146] Neodmium-iron-cobalt-boron system magnetism powder manufactured in the example 10 as magnetic powder in an example 22 magnetism coating component (coercive force: 174.3 kA/m) saturation magnetization: -- 19.7microwattb/g, average grain-size:20nm, and particle shape: -- while having been, carrying out and using the shape of an ellipse, the tape for computers was obtained like the example 15 except [spherical] having

changed the thickness of the magnetic layer after desiccation and calender processing into 0.11 micrometers.

[0147] Without performing magnetic field orientation processing so that the thickness of the magnetic layer after desiccation and calender processing may be set to 0.12 micrometers in an example 23 magnetism coating, it applied on the under coat and the tape for computers was obtained like the example 18 except having dried. That is, in the example 18, it applied without performing magnetic field orientation processing to a longitudinal direction in order for line intermediary **** to obtain comparable square shape ratios also including a longitudinal direction or a perpendicular direction for magnetic field orientation processing in all the directions by this example in order to obtain a high square shape ratio to a longitudinal direction. Since the usual magnetic powder has the needlelike configuration, even if it does not perform magnetic field orientation processing, orientation of it will be carried out to a longitudinal direction somewhat mechanically, but since [being spherical] it was, and carried out and had the ellipse-like configuration, the neodium-iron-boron system magnetism powder used by this example could not be easily influenced of mechanical orientation, and was able to obtain the comparable square shape ratio in all the directions easily.

[0148] Impressing the field of 0.3T perpendicularly so that the thickness of the magnetic layer after desiccation and calender processing may be set to 0.15 micrometers in an example 24 magnetism coating, it applied on the under coat and the tape for computers was obtained like the example 18 except having dried. That is, it is ***** about magnetic field orientation processing perpendicularly at the object from which line intermediary **** obtains a perpendicularly high square shape ratio for magnetic field orientation processing by this example to a longitudinal direction in order to obtain a high square shape ratio to a longitudinal direction in the example 18. The usual magnetic powder has the problem on which the front face of a magnetic layer deteriorates remarkably, as a result of locating a needlelike particle in a line with an under coat side perpendicularly if a field is impressed perpendicularly since it has the needlelike configuration. On the other hand, since were, it carried out, it had the ellipse-like configuration and the neodium-iron-boron system magnetism powder used by this example did not almost have a spherical anisotropy over a configuration, even if [above-mentioned] it carried out vertical orientation, it was checked that good front-face nature without a longitudinal direction medium and inferiority is obtained.

[0149] It applied impressing the field of 0.3T to a longitudinal direction so that the thickness of the magnetic layer after desiccation and calender processing may be set to 0.51 micrometers in an example 25 magnetism coating, without preparing an under coat on a nonmagnetic base material, and the tape for computers was obtained like the example 18 except having made it dry.

[0150] Fe-Co alloy magnetism powder (Co/Fe: -- 24.6% of the weight) needlelike as magnetic powder in an example of comparison 8 magnetism coating component Coercive force : while using 189.4 kA/m, saturation magnetization:18.3microwattb/g, diameter:of average major axis150nm, and axial ratio:5 The tape for computers was obtained like the example 15 except having changed so that the thickness of the magnetic layer after desiccation and calender processing might be set to 0.50 micrometers.

[0151] The tape for computers was obtained like the example 8 of a comparison except having changed the thickness of the magnetic layer after example of comparison 9 desiccation, and calender processing into 0.35 micrometers.

[0152] The tape for computers was obtained like the example 8 of a comparison except having changed the thickness of the magnetic layer after example of comparison 10 desiccation, and calender processing into 0.20 micrometers.

[0153] while using the neodium-iron system magnetism powder (coercive force: -- 78.0 kA/m, saturation magnetization:16.2microwattb/g, and average grain-size:50nm -- <) manufactured in the example 1 of a comparison as magnetic powder in an example of comparison 11 magnetism coating component, the tape for computers was obtained like the example 15 except having changed the thickness of the magnetic layer after desiccation and calender processing into 0.28 micrometers.

[0154] Iron-cobalt-boron system magnetism powder manufactured in the example 7 of a comparison as magnetic powder in an example of comparison 12 magnetism coating component (coercive force: 70.0 kA/m) saturation magnetization: -- 19.9microwattb/g, average grain-size:30nm, and particle shape: -- while having been, carrying out and using the shape of an ellipse, the tape for computers was obtained like the example 15 except [spherical] having changed the thickness of the magnetic layer after desiccation and calender processing into 0.16 micrometers.

[0155] Fe-Co alloy magnetism powder (Co/Fe: -- 24.6% of the weight) needlelike as magnetic powder in an example of comparison 13 magnetism coating component Coercive force : 189.4 kA/m, saturation magnetization:18.3microwattb/g, diameter:of average major axis150nm, Axial ratio : without preparing an under coat on a nonmagnetic base material, the magnetic coating which used 5 and used this so that the thickness of the magnetic layer after desiccation and calender processing may be set to 0.58 micrometers It applied impressing the field of 0.3T to a longitudinal direction, and the tape for computers was obtained like the example 15 except having made it dry.

[0156] Coercive force [Hc], saturation magnetic flux density [Bm], and a square shape ratio [Br/Bm] were measured as magnetic properties about each tape for computers of the above examples 15-25 and the examples 8-13 of a comparison. These measurement results were shown in a table 3 with the element configuration of the magnetic powder used for each tape for computers, and the thickness of a magnetic layer.

[0157] Moreover, anisotropy field distribution [Ha] was measured as other magnetic properties about each above-mentioned tape for computers. This measures the differential curve of the 2nd quadrant (demagnetization curve) of the hysteresis curve of the tape for computers, and shows the field equivalent to the half-value width of this differential curve with a ***** value with the value of the coercive force of that tape. That is, especially the recording characteristic in short wavelength becomes good, so that Ha is small, when Ha becomes small and the same coercive force compares so that distribution and orientation of the magnetic powder in the inside of a tape are so good that coercive force distribution of magnetic powder is narrow. This measurement result was shown in a table 4.

[0158] Furthermore, about each above-mentioned tape for computers, the DDS drive made from Hewlett Packard (C1554A) was used, the run DAMUDE-TA signal with a shortest record wavelength of 0.33 micrometers was recorded after 5 times transit under the conditions of 40 degrees C and 5%RH as a magnetic parametric performance, and the block error rate [BER] was measured with the block error rate measuring device. This measurement result was shown in a table 4.

[0159]

表 3

	磁性粉末の 元素構成	磁性層 の厚さ (μm)	磁 気 特 性			
			Hc (kA/m) <長手>	Bm (T)	角型比 [Br/Bm] <長手>	角型比 [Br/Bm] <垂直>
実施例15	Nd-Fe-B	0.12	203.7	0.382	0.86	—
実施例16	Nd-Fe-B	0.28	199.7	0.390	0.87	—
実施例17	Nd-Fe-B	0.09	204.5	0.366	0.85	—
実施例18	Nd-Fe-B	0.18	174.3	0.373	0.82	—
実施例19	Nd-Fe-B	0.11	178.3	0.370	0.83	—
実施例20	Nd-Fe-B	0.07	181.4	0.361	0.81	—
実施例21	Sm-Fe-B	0.12	165.5	0.375	0.83	—
実施例22	Nd-Fe-Co-B	0.11	183.8	0.402	0.82	—
実施例23	Nd-Fe-B	0.12	164.7	0.379	0.66	0.61
実施例24	Nd-Fe-B	0.15	136.1	0.362	0.40	0.75
実施例25	Nd-Fe-B	0.51	172.7	0.388	0.82	—
比較例 8	Fe-Co	0.50	183.8	0.395	0.83	—
比較例 9	Fe-Co	0.35	183.0	0.373	0.82	—
比較例10	Fe-Co	0.20	179.9	0.352	0.80	—
比較例11	Nd-Fe	0.28	83.6	0.289	0.72	—
比較例12	Fe-Co-B	0.16	74.8	0.399	0.84	—
比較例13	Fe-Co	0.58	186.2	0.390	0.85	—

[0160]

表 4

	磁 気 特 性 <異方性磁界分布> [Ha]	電磁変換特性 <ブロックエラーレート> [BER]
実施例15	0.51	$0.8 \times E-03$
実施例16	0.52	$4.2 \times E-03$
実施例17	0.50	$1.0 \times E-03$
実施例18	0.49	$0.8 \times E-03$
実施例19	0.46	$0.6 \times E-03$
実施例20	0.47	$0.7 \times E-03$
実施例21	0.48	$0.8 \times E-03$
実施例22	0.45	$0.6 \times E-03$
実施例23	0.61	$8.6 \times E-03$
実施例24	0.53	$0.8 \times E-02$
実施例25	0.54	$9.5 \times E-03$
比較例 8	0.61	$1.6 \times E-01$
比較例 9	0.61	$3.8 \times E-02$
比較例10	0.65	$7.0 \times E-02$
比較例11	0.72	$1 \times E-01 <$
比較例12	0.60	$1 \times E-01 <$
比較例13	0.63	$7.2 \times E-01$

[0161] Each tape for computers of the examples 15-25 of this invention has small anisotropy field distribution compared with each tape for computers of the examples 8-13 of a comparison, its block error rate which is a magnetic parametric performance is small as the result, and the result of the above-mentioned table 3 and a table 4 shows excelling in dependability more. And it carries out, the rare earth-iron-boron system magnetism powder used by this invention shows the granular high coercive force based on an optically uniaxial crystal magnetic anisotropy, though it is an ellipse-like configuration, and although this is a particle very much, it shows high saturation magnetization, and it originates in excelling also in high restoration nature further.

[0162] Moreover, although the above-mentioned tape for computers of this invention shows the clearly excellent

recording characteristic compared with the tape for computers using the conventional needlelike magnetic powder when the same magnetic layer thickness compares. If the thickness of a magnetic layer becomes thin with 0.3 micrometers or less, the effectiveness will increase further, it is called 0.09 micrometers (example 17) and especially 0.07 micrometers (example 20), and lowering of a property is hardly accepted also as ultra-thin, but the block error rate is stopped small. Thus, if magnetic layer thickness is set to 0.3 micrometers or less, as for the tape for computers using the rare earth-iron-boron system magnetism powder of this invention, especially the power is demonstrated, and this originates in having particle shape with the above-mentioned magnetic characteristic powder used for this invention, and grain size.

[0163] Furthermore, the tape for computers (example 23) manufactured without magnetic field orientation using the above-mentioned magnetic powder of this invention and the tape for computers (example 24) which was made to carry out vertical orientation and was manufactured. All are compared with the tape for computers (examples 15-22) which carried out the longitudinal direction. To a block error rate ***** If this considers as a high recording density field or a disc-like gestalt further depending on the recording density to measure or the configuration of a medium, it will demonstrate the more excellent property. Anyway, the above-mentioned magnetic powder used for this invention does not have relation in the existence or the direction of field orientation of field orientation, and it is clear that it is what demonstrates the outstanding property compared with the tape for computers which used the conventional needlelike magnetic powder.

[0164] On the other hand, on the tape for computers using needlelike magnetic powder, if thickness of a magnetic layer is made thinner than 0.3 micrometers (example 10 of a comparison), a block error rate will deteriorate compared with what was made thicker than this (example 9 of a comparison). As a result of existence of magnetic powder which distribution in a magnetic layer has distribution and is projected from a magnetic layer front face, the magnetic powder with this needlelike is because the surface smooth nature of a magnetic layer is spoiled, and is a problem fatal to needlelike magnetic powder. Although the tape for computers (example 9 of a comparison) which held down the thickness of a magnetic layer to about 0.3 micrometers on the other hand using needlelike magnetic powder shows a comparatively good block error rate, compared with the tape for computers of this invention which set thickness of a magnetic layer to 0.3 micrometers or less, a property is inferior in it. This is a phenomenon peculiar to a longitudinal record medium, and when the thickness of a magnetic layer becomes thick, it is for various kinds of demagnetization to arise. Moreover, on the tape for computers (example 8 of a comparison) which thickened thickness of a magnetic layer with 0.5 micrometers using needlelike magnetic powder, and the tape for computers (example 13 of a comparison) which thickened thickness of a magnetic layer too, without preparing an under coat, a property deteriorates further compared with the tape of the above-mentioned example 9 of a comparison.

[0165] Moreover, coercive force is not only low, but since grain-size distribution of magnetic powder is large, frequency characteristics are bad and, as for the tape for computers using the neodymium-iron system magnetism powder which is not a needlelike configuration (example 11 of a comparison), a block error rate worsens. Furthermore, although the tape for computers using the magnetic powder of this invention and the iron-cobalt-boron system magnetism powder which has the same particle shape (example 12 of a comparison) showed the good block error rate with low recording density, it compares the block error rate in high recording density with the tape for computers of this invention, and it is ***** to a property clearly.

[0166] After kneading the coating component for under coats of the example 26 following with a kneader, distributed processing which made the residence time 50 minutes by the sand mill was performed, the poly isocyanate 6 section was added to this, churning filtration was carried out, and the coating for under coats was prepared. The magnetic coating was prepared like the example 15 except having used the neodymium-iron-boron system magnetism powder (the shape of an ellipse [15nm, particle shape: Atom / Nd/Fe:0.7 / %, atom / B/Fe:6.3 / %, coercive-force:173.5 kA/m, saturation magnetization: 16.8 microwatts b/g, average grain size : it is spherical. being and carrying out.]) manufactured in the example 4 as magnetic powder in a magnetic coating component

apart from this.

[0167]

<The coating component for under coats> alpha-iron oxide (average major-axis length: 0.14 micrometers, average needlelike ratio : 7) The 65 sections A granular alpha-alumina (mean particle diameter: 0.4 micrometers) The ten sections Carbon black (mean particle diameter: 0.024 micrometers) The 18 sections carbon black (mean diameter: 0.075 micrometers) The seven sections Vinyl chloride-vinyl acetate-vinyl alcohol copolymerization resin The 16 sections (content-SO₃ Na radical : $0.7 \times 10^{-4} \text{Eq/(g)}$) Polyurethane resin The seven sections (content-SO₃ Na radical : $1.0 \times 10^{-4} \text{Eq/(g)}$) Oleic acid oleyl The six sections Stearin acid n-butyl The two sections Cyclohexanone The 200 sections Methyl ethyl ketone The 200 sections [0168] The above-mentioned coating for under coats was applied to the polyamide film whose thickness which is a nonmagnetic base material is 4 micrometers so that the thickness of the under coat after desiccation and calender processing might be set to 2 micrometers, on this, impressing the field of 0.3T to a longitudinal direction so that the thickness of the magnetic layer after desiccation and calender processing may become 0.20 micrometers about the further above-mentioned magnetic coating in the inside of a damp or wet condition, it applied and the under coat dried.

[0169] Next, with the forming face of the under coat of this nonmagnetic base material, and a magnetic layer, the same coating for back coat layers as an example 15 was applied to the reverse side side so that the thickness of the back coat layer after desiccation and calender processing might be set to 0.7 micrometers, and it dried. Thus, the obtained magnetic sheet was mirror-plane-ization-processed in the five-step calender (temperature of 70 degrees C, linear pressure 147 kN/m), and where this is wound around a sheet core, it aged under 60 degrees C and 40%RH for 48 hours. Then, judging to 3.8mm width of face, and making it run this by part for 100m/, the magnetic layer front face was ground with the ceramic wheel (+120% of revolution measure, 30 degrees of contact angles), and the magnetic tape with a die length of 125m was produced. This magnetic tape was built into the cartridge and it considered as the tape for computers.

[0170] the neodymium-iron-boron system magnetism powder (Nd/Fe:0.9 atom % --) manufactured in the example 5 as magnetic powder in an example 27 magnetism coating component B/Fe: 7.9 atoms %, coercive force:146.4kA/m, saturation magnetization:17.7microwattb/g, average grain-size:30nm, particle shape : while using the shape of spherical thru/or an ellipse The magnetic coating was prepared like the example 15 except having made the residence time by the sand mill after kneading by the kneader into 30 minutes. The tape for computers was obtained like the example 26 except using this magnetic coating and the five-step calender (temperature of 80 degrees C, linear pressure 118 kN/m) having been made to perform mirror plane-ized processing after the back coat stratification.

[0171] While replacing with the alpha-ferrous-oxide (average major-axis length: 0.14-micrometer, average needlelike ratio : 7) 65 section and using the titanium oxide powder (mean particle diameter: 0.08 micrometers) 65 section as inorganic powder in the coating component for example 28 under coats, the coating for under coats was prepared like the example 26 except having made the residence time by the sand mill after kneading by the kneader into 60 minutes. The tape for computers was obtained like the example 26 except using this coating for under coats, and the five-step calender (temperature of 80 degrees C, linear pressure 245 kN/m) having been made to perform mirror plane-ized processing after the back coat stratification.

[0172] the samarium-iron-cobalt-boron system magnetism powder (Sm/Fe:1.8 atom % --) manufactured in the example 12 as magnetic powder in an example 29 magnetism coating component Co/Fe: 41.6 atom %, atom [B/Fe:8.0] %, coercive-force:183.0 kA/m, saturation-magnetization:19.3microwattb/g, average grain-size:20nm, particle shape: The magnetic coating was prepared like the example 15 except [spherical] having been, having carried out and having used the shape of an ellipse. This magnetic coating was used and the tape for computers was obtained like the example 26.

[0173] the neodymium-iron-boron system magnetism powder (Nd/Fe:5.2 atom % --) which made the configuration

needlelike as magnetic powder in an example of comparison 14 magnetism coating component B/Fe: 20.0 atoms %, coercive force: 163.1 kA/m, saturation magnetization: 16.3 microwattb/g, average grain-size: 100nm, a particle shape: needle, an axial ratio : while using 5 The magnetic coating was prepared like the example 15 except having made the residence time by the sand mill after kneading by the kneader into 30 minutes. This magnetic coating was used and the tape for computers was obtained like the example 26.

[0174] In addition, the above-mentioned "neodmium-iron-boron system magnetism powder which made the configuration needlelike" used in this example of a comparison Distribute a needlelike goethite (α -FeOOH) particle in the water solution of a neodmium salt, and the manufacture approach of the magnetic powder of this invention explained in the aforementioned example is applied. The hydroxide of neodmium is made to adhere to the front face of a goethite particle in an alkali water solution, boron processing is performed after that, and it returns and manufactures in hydrogen gas. In addition, it manufactures again except having replaced with the addition of the needlelike goethite and the rare earth elements which are starting material, and boron about the "needle-like neodmium-iron-boron system magnetism powder" used in the after-mentioned example 15 of a comparison as well as the above.

[0175] The P-V value by the optical interference type three-dimensions surface roughness meter (TOPO-3D) of a magnetic layer side was measured by the approach of this publication about each tape for computers of the above examples 26-29 and the example 14 of a comparison. Moreover, peak of a playback amplifier output [in / the same drive as the above is used as a short wavelength output, and / record wavelength with a shortest record wavelength of 0.49 micrometers] to The peak value was measured with the oscilloscope. This measured value made 100% the tape for computers of the example 14 of a comparison, and showed it by the relative value. These measurement results were further shown with the element configuration of the magnetic powder used for each tape, a configuration, and mean particle diameter in a table 5 with the thickness of a magnetic layer.

[0176]

表 5

	実施例26	実施例27	実施例28	実施例29	比較例14
磁性粉末の種類 元素構成	Nd-Fe-B	Nd-Fe-B	Nd-Fe-B	Sm-Fe-Co-B	Nd-Fe-B
形 状	球状ない し楕円状	球状ない し楕円状	球状ない し楕円状	球状ないし 楕円状	針状 (軸 比 : 5)
平均粒径 (nm)	1 5	3 0	1 5	2 0	1 0 0
磁性層の厚さ (μ m)	0 . 2	0 . 2	0 . 2	0 . 2	0 . 2
P - V 値 (nm)	3 3	4 8	2 8	3 5	7 5
出 力 (%)	1 1 7	1 1 0	1 2 8	1 2 5	1 0 0

[0177] On each tape for computers of examples 26-29, the output which was excellent also in short wavelength record is obtained by setting the P-V value by the optical interference type three-dimensions surface roughness meter to 50nm or less using the magnetic powder of this invention so that clearly from the result of the above-mentioned table 5. On the other hand, on the tape for computers of the example 14 of a comparison,

though it is neodymium-iron-boron system magnetism powder equivalent to an example also with the thickness of a magnetic layer, and coercive force, since the configuration is needlelike, it is easy to produce condensation of magnetic powder at the time of distribution, and magnetic powder becomes an under coat with rough ***** about a projection and a magnetic layer front face at the time of orientation, smooth nature falls, and it becomes low-power output. It turns out that it is that by which the output characteristics have improved degradation of the smooth nature on the front face of a magnetic layer which poses a problem, and the shortest record wavelength excelled [output characteristics] in the conventional needlelike magnetism powder also in the record system 1.0 micrometers or less by this invention when the thickness of a magnetic layer considered as a thin layer magnetic layer 0.3 micrometers or less are obtained from this result.

[0178] After kneading the coating component for under coats of the example 30 following with a kneader, distributed processing which made the residence time 60 minutes by the sand mill was performed, the poly isocyanate 6 section was added to this, churning filtration was carried out, and the coating for under coats was prepared. Apart from this, after kneading the following magnetic coating component (3) with a kneader, the residence time was distributed as 50 minutes by the sand mill, the following magnetic coating component (4) was added to this, churning filtration was carried out, and the magnetic coating was prepared.

[0179]

<Coating component for under coats> gamma-iron oxide powder The 65 sections (average major-axis length: 0.12 micrometers, axial ratio:8, Hc:23.9 kA/m, sigmas:9.4microwattb/g, BET specific surface area:25m²/g) Granular alpha-alumina powder (mean diameter: 0.4 micrometers) The ten sections Carbon black (mean diameter: 0.024 micrometers) The 25 sections Vinyl chloride-vinyl acetate-vinyl alcohol copolymerization resin The 16 sections (content-SO₃ Na radical : 0.7x10⁻⁴Eq/(g)) Polyurethane resin The seven sections (content-SO₃ Na radical : 1.0x10⁻⁴Eq/(g)) Oleic acid oleyl The six sections Stearin acid n-butyl The two sections Cyclohexanone The 200 sections Methyl ethyl ketone The 200 sections [0180]

<Magnetic coating component (3)> Neodymium-iron-boron system magnetism powder manufactured in the example 2 The 100 sections (the shape of an ellipse [30nm, particle shape: Atom / Nd/Fe:8.2 / %, atom / B/Fe:8.3 / %, coercive-force:219.6 kA/m, saturation magnetization: 15.0 microwatts b/g, average grain size : it is spherical. being and carrying out.)

Vinyl chloride-hydroxy propylacrylate copolymer The eight sections (content-SO₃ Na radical : 0.7x10⁻⁴Eq/(g)) Polyester polyurethane resin The seven sections (content-SO₃ Na radical : 1.0x10⁻⁴Eq/(g)) alpha-alumina (mean particle diameter: 0.4 micrometers) The eight sections Carbon black (mean particle diameter: 100nm) The 1.5 sections A myristic acid The 1.5 sections Methyl ethyl ketone The 133 sections Toluene The 100 sections [0181]

<A magnetic coating component (4)> Stearin acid The 1.5 sections The poly isocyanate The four sections A cyclohexanone The 133 sections Toluene The 33 sections [0182] The above-mentioned coating for under coats on the polyamide film [Young's modulus (0.3% elongation):15.7x10⁹ N/m² of the cross direction] which is a nonmagnetic base material It applied so that the thickness of the under coat after desiccation and calender processing might be set to 2 micrometers, and it applied and dried, impressing the field of 0.3T to a longitudinal direction so that the thickness of the magnetic layer after desiccation and calender processing may be set to 0.15 micrometers in the further above-mentioned magnetic coating on this.

[0183] Next, with the forming face of the under coat of this nonmagnetic base material, and a magnetic layer, the same coating for back coat layers as an example 15 was applied to the reverse side side so that the thickness of the back coat layer after desiccation and calender processing might be set to 0.7 micrometers, and it dried. Thus, the obtained magnetic sheet was mirror-plane-ization-processed in the five-step calender (temperature of 80 degrees C, linear pressure 147 kN/m), and where this is wound around a sheet core, it aged under 60 degrees C and 40%RH for 48 hours. Then, judging to 3.8mm width of face, and making it run this by part for

100m/, the magnetic layer front face was ground with the ceramic wheel (+150% of revolution measure, 30 degrees of contact angles), and the magnetic tape with a die length of 125m was produced. This magnetic tape was built into the cartridge and it considered as the tape for computers.

[0184] the neodium-iron-cobalt-boron system magnetism powder (Nd/Fe:1.5 atom % --) manufactured in the example 11 as magnetic powder in an example 31 magnetism coating component Co/Fe: 10.8 atoms %, B/Fe:6.1 atom %, coercive force:173.5 kA/m, saturation magnetization:18.0microwattb/g, average grain-size:15nm, particle shape : while using the shape of spherical thru/or an ellipse The magnetic coating was prepared like the example 30 except having changed the amount of the vinyl chloride-hydroxy propylacrylate copolymer used as a binder into the ten sections, and having changed the amount of this polyester polyurethane resin used into the four sections, respectively. This magnetic coating was used and the tape for computers was obtained like the example 30.

[0185] the samarium-iron-cobalt-boron system magnetism powder (Sm/Fe:1.6 atom % --) manufactured in the example 13 as magnetic powder in an example 32 magnetism coating component Co/Fe: 26.0 atoms %, B/Fe:7.1 atom %, coercive force:169.5 kA/m, saturation magnetization:18.6microwattb/g, average grain-size:20nm, particle shape : while using the shape of spherical thru/or an ellipse The magnetic coating was prepared like the example 30 except having changed the amount of the vinyl chloride-hydroxy propylacrylate copolymer used as a binder into the five sections, and having changed the amount of this polyester polyurethane resin used into the ten sections, respectively. The tape for computers was obtained like the example 30 except having used this magnetic coating and having used the polyamide film [crosswise Young's modulus (0.3% elongation):13.7x10⁹ N/m²] as a nonmagnetic base material.

[0186] the neodium-iron-boron system magnetism powder (Nd/Fe:10.5 atom % --) which made the configuration needlelike as magnetic powder in an example of comparison 15 magnetism coating component B/Fe: 25.0 atoms %, coercive force:155.2 kA/m, saturation magnetization:16.3microwattb/g, average grain-size:250nm, a particle shape:needle, an axial ratio : while using 8 The magnetic coating was prepared like the example 30 except having changed the amount of the vinyl chloride-hydroxy propylacrylate copolymer used as a binder into the 15 sections, and having changed the amount of this polyester polyurethane resin used into the two sections, respectively. The tape for computers was obtained like the example 30 except having used this magnetic coating and having used polyester film [crosswise Young's modulus (0.3% elongation):4.4x10⁹ N/m²] as a nonmagnetic base material.

[0187] It asked for the ratio [YTD/YMD] of the Young's modulus [YMD] of the longitudinal direction to the Young's modulus [YTD] of the cross direction in 0.3% elongation by the Measuring condition of 10% of drawing rates, and min with the tension tester at 25 degrees C and 60%RH about each tape for computers of the above examples 30-32 and the example 15 of a comparison. moreover -- each -- a computer -- ** -- a tape -- a head -- contact -- the magnetic head -- a head -- contact -- a defect -- it is -- a case -- a cylinder -- **** -- an envelope -- being poor -- ** -- becoming -- an output -- fluctuation -- large -- becoming -- a sake -- the above -- being the same -- a drive -- using -- one -- a truck -- inside -- an output -- maximum -- (-- A --) -- the minimum value -- (-- B --) -- a power ratio -- [-- (-- A --) -- (-- B --) --] -- /-- [-- {-- (-- A --) -- + -- (-- B --) --} -- /-- two --] -- having asked -- . These results were shown in a table 6 with the element configuration, the configuration, and mean particle diameter of the magnetic powder used for each tape.

[0188]

表 6

	実施例 3 0	実施例 3 1	実施例 3 2	比較例 1 5
磁性粉末の種類 元素構成	Nd-Fe-B	Nd-Fe-Co-B	Sm-Fe-Co-B	Nd-Fe-B
形 状	球状ないし 楕円状	球状ないし 楕円状	球状ないし 楕円状	針状 (軸比 : 8)
平均粒径 (nm)	3 0	1 5	2 0	2 5 0
Y_{TD}/Y_{MD}	1. 4 2	1. 4 5	1. 2 6	0. 8 7
エンベロープ (%)	8	5	1 2	2 3

[0189] Since the ratio [YTD/YMD] of the Young's modulus [YMD] of the longitudinal direction to crosswise Young's modulus [YTD] is in the range of 1.0-1.7 and enlarges crosswise Young's modulus compared with the tape for computers using the conventional needlelike magnetism powder using the magnetic powder of this invention, on each tape for computers of examples 30-32, the outstanding head contact is obtained, so that clearly from the above-mentioned table 6. On the other hand, a configuration is needlelike, on the tape for computers of the example 15 of a comparison, since magnetic powder also with big mean particle diameter is used, it becomes easy to arrange to a longitudinal direction at the time of orientation, and crosswise reinforcement falls compared with a longitudinal direction, in connection with this, the slide contact to the magnetic head maldistribution-izes, and degradation of head contact becomes remarkable. It turns out that it is the thing which can raise crosswise reinforcement to a longitudinal direction and by which good head contact is obtained from this result rather than what used the conventional needlelike magnetism powder according to this invention.

[0190]

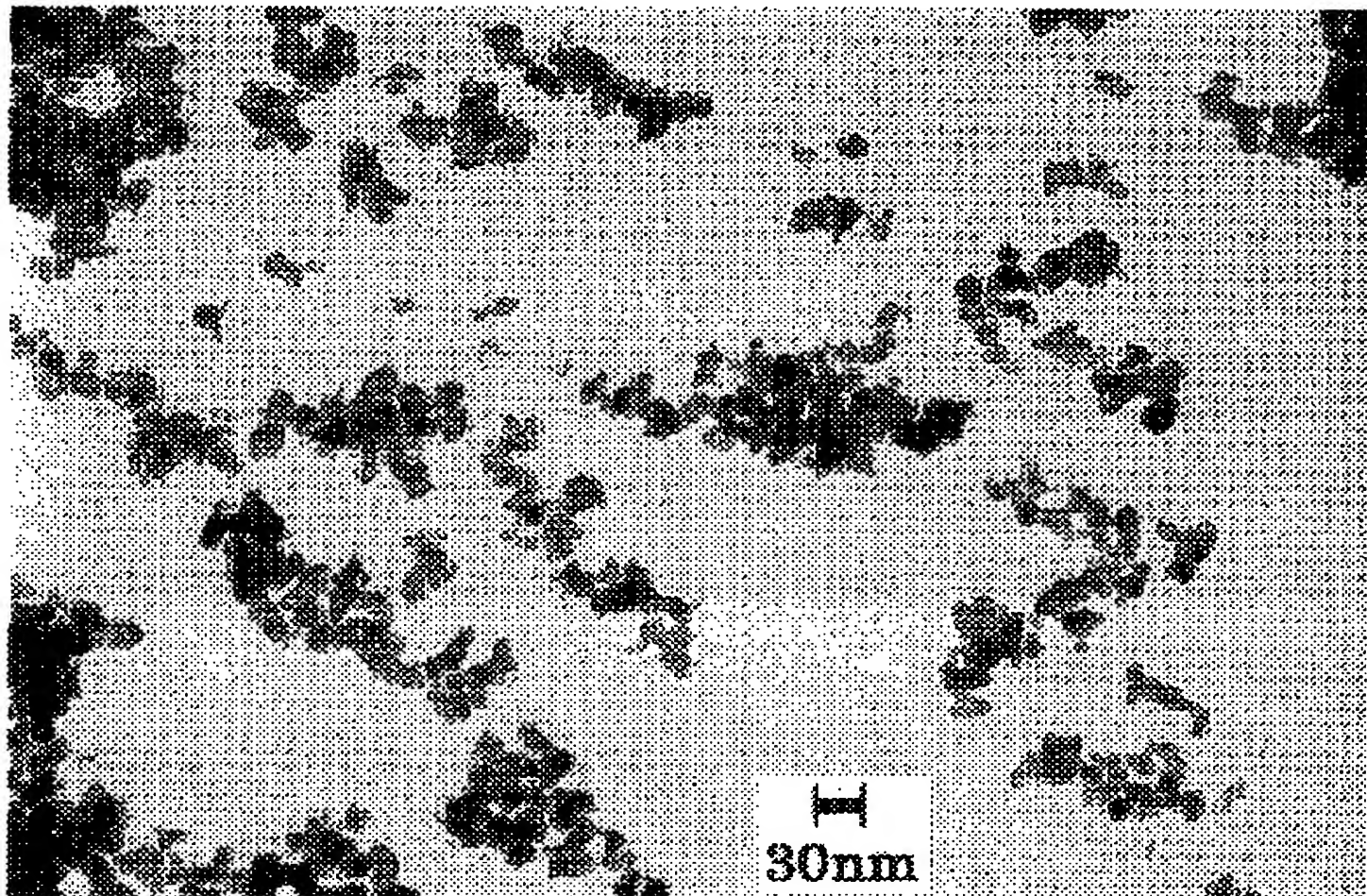
[Effect of the Invention] As mentioned above, the practical use worth of a recording characteristic that implementation is difficult, clear the ultra-thin magnetic layer field of 0.3 micrometers or less of ***** as a practical use field for the first time, realize the breakthrough of a spreading mold magnetic-recording medium, and this invention is done so by this invention by the spreading mold magnetic-recording medium using the conventional needlelike magnetic powder is so large that it is unfathomable.

[Easy invention of a drawing]

[Drawing 1] It is spherical property drawing which manufactured in the example 1 and in which being, carrying out and showing the transmission electron microscope photograph (scale factor: 100,000 times) of ellipse-like neodium-iron-boron system magnetism powder.

DRAWINGS

[Drawing 1]



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-181754
(P2001-181754A)

(43) 公開日 平成13年7月3日(2001.7.3)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード*(参考)
C 2 2 C	1/04	C 2 2 C	1/04 F 4 K 0 1 7
B 2 2 F	9/24	B 2 2 F	9/24 A 4 K 0 1 8
G 1 1 B	5/706	G 1 1 B	5/706 5 D 0 0 6
H 0 1 F	1/047	H 0 1 F	1/06 J 5 E 0 4 0

審査請求 未請求 請求項の数15 O L (全 28 頁)

(21) 出願番号 特願2000-35697(P2000-35697)
(22) 出願日 平成12年2月8日(2000.2.8)
(31) 優先権主張番号 特願平11-33018
(32) 優先日 平成11年2月10日(1999.2.10)
(33) 優先権主張国 日本(J P)
(31) 優先権主張番号 特願平11-157202
(32) 優先日 平成11年6月4日(1999.6.4)
(33) 優先権主張国 日本(J P)
(31) 優先権主張番号 特願平11-290283
(32) 優先日 平成11年10月12日(1999.10.12)
(33) 優先権主張国 日本(J P)

(71) 出願人 000005810
日立マクセル株式会社
大阪府茨木市丑寅1丁目1番88号
(72) 発明者 岸本 幹雄
大阪府茨木市丑寅一丁目1番88号 日立マ
クセル株式会社内
(74) 代理人 100079153
弁理士 祢▲ぎ▼元 邦夫

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体とこれに用いる希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末およびこの磁性粉末の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 従来の針状の磁性粉末とは全く異なる、新規な磁性粉末を使用して、従来ではなし得なかつたすぐれた磁気特性を有する薄層領域の塗布型磁気記録媒体を得ることを目的としている。

【解決手段】 非磁性支持体上に磁性粉末および結合剤を含有する磁性層を有する磁気記録媒体であつて、上記の磁性粉末が平均粒子サイズ5~200nmの範囲にある粒状ないし楕円状の希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末であることを特徴とする磁気記録媒体、あるいは非磁性支持体と上記磁性層との間に無機粉末および結合剤を含有する下塗り層を有して、磁性層の平均厚さが0.3μm以下であることを特徴とする上記構成の磁気記録媒体。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 非磁性支持体上に磁性粉末および結合剤を含有する磁性層を有する磁気記録媒体であつて、上記の磁性粉末が平均粒子サイズ5～200nmの範囲にある粒状ないし楕円状の希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末であることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項2】 希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末は、希土類およびホウ素の含有量が鉄に対してそれぞれ0.2～20原子%および0.5～30原子%である請求項1に記載の磁気記録媒体。

【請求項3】 希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末中に鉄以外の遷移金属を含有する請求項1または2に記載の磁気記録媒体。

【請求項4】 希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末は、コア一部分が金属鉄または鉄合金であり、外層部分が希土類-鉄-ホウ素化合物からなる請求項1～3のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項5】 非磁性支持体と磁性層との間に、少なくとも1層の無機粉末および結合剤を含有する下塗り層を有し、磁性層の平均厚さが0.3μm以下である請求項1～4のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項6】 磁性層の長手方向に磁化容易方向があり、長手方向の保磁力が80～400kA/m、角型比が0.6～0.9、飽和磁束密度が0.1～0.5Tである請求項1～5のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項7】 磁性層面に垂直方向に磁化容易方向があり、垂直方向の保磁力が60～320kA/m、角型比が0.5～0.8、飽和磁束密度が0.1～0.5Tである請求項1～5のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項8】 磁性層面内で磁化容易方向がランダムに分布しており、磁性層面内の任意の方向および磁性層面に垂直方向のいずれの方向においても、保磁力が60～380kA/m、角型比が0.4～0.7、飽和磁束密度が0.1～0.5Tである請求項1～5のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項9】 希土類、鉄およびホウ素を少なくとも構成元素とし、保磁力が80～400kA/m、飽和磁化が10～25μWb/gであり、かつ平均粒子サイズが5～200nmの範囲にあり、形状が粒状ないし楕円状であることを特徴とする希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末。

【請求項10】 希土類およびホウ素の含有量が鉄に対してそれぞれ0.2～20原子%および0.5～30原子%である請求項9に記載の希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末。

【請求項11】 鉄以外の遷移金属を含有する請求項9または10に記載の希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末。

【請求項12】 鉄以外の遷移金属として、コバルトまたはこれとニッケルを含有する請求項11に記載の希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末。

【請求項13】 コア一部分が金属鉄または鉄合金であり、外層部分が希土類-鉄-ホウ素化合物からなる請求項9～12のいずれかに記載の希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末。

【請求項14】 希土類と鉄のイオンを含有する水溶液とアルカリ水溶液とを混合して、希土類と鉄の共沈物をつくり、この共沈物にホウ素化合物を加え、加熱処理して、ホウ素を含有する希土類と鉄の酸化物をつくり、この酸化物を加熱還元することにより、平均粒子サイズが5～200nmの範囲にあり、形状が粒状ないし楕円状であり、かつ保磁力が80～400kA/m、飽和磁化が10～25μWb/gである希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末を製造することを特徴とする希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末の製造方法。

【請求項15】 鉄イオンを含有する水溶液とアルカリ水溶液とを混合して、鉄の水酸化物をつくり、この水酸化物に希土類塩およびホウ素化合物を加え、加熱処理して、ホウ素を含有する希土類と鉄の酸化物をつくり、この酸化物を加熱還元することにより、平均粒子サイズが5～200nmの範囲にあり、形状が粒状ないし楕円状であり、かつ保磁力が80～400kA/m、飽和磁化が10～25μWb/gである希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末を製造することを特徴とする希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末の製造方法。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【発明の属する技術分野】 本発明は、希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末を用いた磁気記録媒体、詳しくは、デジタルビデオテープ、コンピュータ用のバックアップテープ、大容量フロッピーディスクなどの超高密度記録に最適な磁気記録媒体に関し、また上記の希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 磁気記録媒体は、記録再生方式がアナログ式からデジタル式への移行に伴い、記録密度の一層の向上が要求されている。とくに、ハードディスクや光ディスクとの競合が激しいビデオテープやコンピュータ用のバックアップテープでは、上記要求を実現できない場合、製品自体の存続が危ぶまれるほどである。このような記録密度の向上の要求に対して、磁性層に金属薄膜を使用した磁気記録媒体が提案されているが、生産性や腐食などの実用信頼性の点で、磁性粉末を結合剤中に分散させた磁性塗料を非磁性支持体上に塗布してなる、いわゆる塗布型磁気記録媒体の方が、よりすぐれている。この塗布型磁気記録媒体において、電磁変換特性を向上する手法としては、これまで大きく分けて、磁性粉末の改良と媒体製造技術の改良により、実現されてきた。

【0003】 磁性粉末の改良に関しては、主として、短波長記録に対応するために、年々、微粒化とともに、磁気特性の改善がはかられており、従来は、オーディオ

用や家庭用ビデオテープに使用されていた強磁性酸化鉄、 Co 変性強磁性酸化鉄、酸化クロムなどの磁性粉末が主流であつたが、現在では、粒子サイズが $0.1\mu\text{m}$ 程度の針状の金属磁性粉末が提案されている。また、短波長記録時の減磁による出力低下を防止するために、年々、高保磁力化がはかられ、鉄-コバルトの合金化により、 198.9kA/m 程度の保磁力が実現されている（たとえば、特開平3-49026号公報、特開平5-234064号公報、特開平6-25702号公報、特開平6-139553号公報など）。

【0004】また、媒体製造技術の改良に関しては、各種官能基を有する結合剤や、上記の磁性粉末を使用した場合の分散技術の改善、さらには塗布工程後に行われるカレンダー技術の向上により、磁性層の表面平滑性が著しく向上し、短波長出力の向上に大きく寄与している（たとえば、特公昭64-1297号公報、特公平7-60504号公報、特開平4-19815号公報など）。

【0005】しかしながら、近年の高密度化に伴い、記録波長が短縮化されているため、磁性層の厚さが厚いと、最短記録波長領域においては、従来の磁性粉末の飽和磁化や保磁力程度では出力が数分の1程度しか得られず、また極めて短い記録波長を使用するため、従来それほど問題とならなかつた記録再生時の自己減磁損失や磁性層の厚さに起因する厚み損失の影響が大きくなり、十分な分解能が得られないという問題があつた。このような問題に対しては、上記したような磁性粉末による磁気特性の改善や媒体製造技術による表面性向上だけでは克服できないため、磁性層の厚さを低減することが提案されている。

【0006】すなわち、一般に、磁性層の有効厚さは、システムに利用される最短記録波長の $1/3$ 程度といわれているため、たとえば $1.0\mu\text{m}$ の最短記録波長においては、磁性層の厚さは $0.3\mu\text{m}$ 程度が必要とされている。また、カセットの小型化に伴い、容積当たりの記録容量を向上するため、磁気記録媒体全体を薄層化する必要があり、このため、磁性層も必然的に薄層化する必要がある。さらに、記録密度を高めるためには、磁気ヘッドから発生する書き込み磁束を微小面積にしなければならず、また磁気ヘッドも小型化されてきているため、発生磁束量が低下することとなるが、上記のような微小な磁束により完全な磁化反転を生じせしめるためにも、磁性層を薄層化することが必要となる。

【0007】ところが、磁性層の厚さを低減すると、非磁性支持体の表面粗さが磁性層表面に影響を及ぼし、磁性層の表面性を劣化させやすいという問題や、磁性層単層のみを薄層化する場合、磁性塗料の固形分濃度を低下するか、塗布量を低減する方法が考えられるが、これらの手法によつては、塗布時の欠陥や磁性粉末の充填性が向上せず、また塗膜強度を弱めるという問題がある。このため、媒体製造技術の改良により磁性層を薄層化する

場合、非磁性支持体と磁性層との間に下塗り層を設け、この下塗り層が湿潤状態にあるうちに上層磁性層を塗布する、いわゆる同時重層塗布方式が提案されている（特開昭63-187418号公報、特開昭63-191315号公報、特開平5-73883号公報、特開平5-217148号公報、特開平5-298653号公報など）。

【0008】このような塗布技術の向上により、磁性層の厚さが $1.0\mu\text{m}$ 程度の薄層塗布が可能になり、長手記録の本質的な課題であつた減磁による出力低下などの問題が、この薄層塗布技術と前記の磁性粉末の改善により改良されてきた。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】しかるに、これら磁性粉末および媒体製造技術の向上も、現在では、ほぼ限界に達している。とくに磁性粉末の改良に関しては、針状の磁性粉末を使用する限り、粒子サイズは実用上 $0.1\mu\text{m}$ 程度が限度である。なぜなら、これよりも微粒子化すると、比表面積が著しく大きくなり、飽和磁化が低下するのみならず、結合剤中で磁性粉末を分散させることが著しく困難になるためである。

【0010】保磁力に関しては、磁気ヘッドの技術革進により、さらに高保磁力を有する媒体に対しても、記録は可能な状況にある。とくに長手記録方式においては、磁気ヘッドで記録消去が可能な限り、記録および再生減磁による出力低下を防止するため、保磁力はできる限り高くすることが好ましい。したがつて、磁気記録媒体の記録密度を向上させるための現実的な方法で、最も効果的な方法は、磁気記録媒体を高保磁力化することである。

【0011】また、長手記録の本質的な課題である、記録および再生減磁による出力低下の影響を低減するためには、磁性層の厚さはさらに薄くすることが有効であるが、前記した粒子サイズが $0.1\mu\text{m}$ 程度の針状の磁性粉末を使用する限り、磁性層の厚さにも限界が生じる。なぜなら、長手配向によつて、針状粒子は平均的には針状方向が媒体の面内方向に並行になるように並ぶが、粒子の分散には分布があるため、針状方向が媒体面に垂直になるように並ぶ粒子も存在する。このような粒子が存在すると、媒体の表面平滑性を損ない、ノイズ増大の原因となる。このような問題は、磁性層の厚さが薄くなるほど、より深刻となる。

【0012】さらに、磁性層を薄層化しようとする場合、磁性塗料を大量の有機溶剤で希釈する必要があるが、従来の微粒子化した針状の磁性粉末では磁性塗料の凝集を生じやすく、また乾燥時に大量の有機溶剤を蒸発させるため、磁性粉末の配向性が低下しやすく、長手記録であるテープ状媒体では配向性が悪く、薄層化しても、配向性の悪化と表面性の悪化のために、所期の電磁変換特性を得ることが困難になるという問題がある。し

たが、長手記録においては、磁性層の厚さを薄くすることが、記録特性を向上させるうえで有効であることがわかつていながらも、従来の針状の磁性粉末を使用する限り、磁性層の厚さをさらに薄層化した塗布型磁気記録媒体を得ることは困難な状況にある。

【0013】なお、従来提案されている磁性粉末のうち、バリウムフェライト磁性粉末は、粒子形状が板状で、粒子サイズとして50nm程度の微粒子の磁性粉末が知られている（たとえば、特公昭60-50323号公報、特公平6-18062号公報など）。このバリウムフェライト磁性粉末の形状や粒子サイズは、針状の磁性粉末に比べて、薄層塗布型磁気記録媒体を得るのに適している。しかしながら、バリウムフェライト磁性粉末は酸化物であるため、飽和磁化は高々7.5 $\mu\text{Wb/g}$ 程度で、針状の金属または合金磁性粉末のような12.6 $\mu\text{Wb/g}$ 以上の飽和磁化を得ることは理論的に不可能である。このため、バリウムフェライト磁性粉末を用いると、磁性層の厚さの薄い塗布型磁気記録媒体を得ることはできても、磁束密度が低いために出力が低く、高密度磁気記録媒体には適さない。このことが理由で、高記録密度磁気記録媒体用の磁性粉末としては、これまでは、前記したような針状の磁性粉末が主流となっていたのである。

【0014】以上説明してきたように、磁気記録媒体の記録密度を向上させるための効果的な手法である磁性層の薄層化において、磁性粉末の保磁力、飽和磁化をできる限り高い値に維持して、かつ粒子サイズを小さくすることが極めて重要な課題となる。この課題を克服するため、まず、従来の磁性粉末の磁気特性に着目すると、現状の針状の磁性粉末は、保磁力の起源が針状形状による形状異方性に基づいているため、高保磁力化には理論的な限界が存在する。つまり、形状異方性では、磁気異方性の大きさが、 $2\pi I_s$ （ここで、 I_s は飽和磁化）で表され、飽和磁化に比例する。したがって、保磁力の起源を形状異方性に基づいている針状の磁性粉末では、飽和磁化が大きくなるほど保磁力も大きくなる。

【0015】金属および合金の飽和磁化は、スレータボーリング曲線からよく知られているように、たとえば、Fe/Co比が70/30付近のFe-C合金において、最大値を示すことから、保磁力も上記の組成において最大値を示すことになる。このようなFe/Co比が70/30付近の針状のFe-C合金磁性粉末は、すでに実用化されているが、既述したとおり、針状の磁性粉末を使用する限り、理論的に現在の保磁力である19.8 kA/m程度が限界であり、さらに高保磁力を得ることは困難な状況にある。またこのような針状の磁性粉末では、薄層塗布の磁気記録媒体に適さないものとなる。

【0016】また、形状異方性における磁気異方性の大きさは、上述のとおり、 $2\pi I_s$ で表され、磁性粉末の

針状比（粒子長さ／粒子直径）が約5以上のときは、係数はほぼ 2π で表されるが、針状比が5未満になると係数は急激に小さくなり、球状になると異方性は消滅する。すなわち、磁性粉末として、Fe金属やFe-C合金のような磁性材料を使用する限り、磁性粉末の形状としては、理論的にも針状形状にせざるを得ないのが実状である。

【0017】本発明は、上記の状況に鑑み、塗布型磁気記録媒体のブレークスルーを実現するためには、上記従来の磁性粉末とは発想の全く異なる新規な磁性粉末の創出が不可欠であるとの考えに基づいて、（I）薄層化した磁性層を有する磁気記録媒体用の磁性粉末として従来の磁性粉末とは全く異なる新規な磁性粉末を開発し、

（II）この磁性粉末を用いることで、従来の針状の磁性粉末ではなし得なかつたすぐれた磁気特性を有する薄層領域の塗布型磁気記録媒体を実現し、（III）上記従来の磁性粉末を使用した塗布型磁気記録媒体に比べ、はるかにすぐれた記録再生特性を有する磁気記録媒体を得ることを目的としたものである。

【0018】

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記の目的に対し、薄層磁性層を有する塗布型磁気記録媒体の記録密度を飛躍的に高めるために必要な磁性粉末の特性は、下記の（1）～（6）のとおりであるとの基本的指針の元、素材の探索ならびに磁気記録媒体に適した製造方法についての研究開発を行つた。

【0019】（1）磁気ヘッドでの記録消去が可能な範囲で、できる限り高保磁力である。

（2）単一元素の中で、最も大きい飽和磁化を有し、かつ資源的に豊富に存在する鉄を主体にした磁性粉末である。

（3）高い飽和磁化を得るために、金属、合金または化合物磁性粉末である。

（4）粒子形状は、比表面積が最小となる球状に近い形状である。

（5）飽和磁化を維持できる範囲で、できる限り微粒子である。

（6）一方向が磁化容易方向となる、一軸磁気異方性を有する磁性粉末である。

【0020】本発明者は、上記指針を全て満たす磁性粉末について、検討したところ、希土類、鉄およびホウ素を少なくとも構成元素とした平均粒子サイズ5～200nmの範囲にある粒状ないし楕円状の特定構成の希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末が、唯一これらの指針を全て満たし、この希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末を用いて、薄層塗布型磁気記録媒体を構成させることにより、すぐれた高密度磁気記録媒体が得られることを見出したものである。また、上記特定構成の希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末は、粒状ないし楕円状の超微粒子の磁性粉末であるにもかかわらず、これを使用した磁気記録媒体は、高

保磁力および高磁束密度が容易に得られるものであることが明らかになった。

【0021】さらに、上記のような粒状ないし楕円状で、かつ極めて粒子サイズの小さい微粒子の磁性粉末を使用した磁気記録媒体は、磁性粉末間の磁氣的相互作用が小さく、したがって、急激な磁化反転が可能となり、磁化反転領域が狭くなるため、従来の針状形状の磁性粉末を使用した磁気記録媒体に比べて、よりすぐれた記録特性が得られることも見い出された。また、本発明の磁気記録媒体は、磁性層の厚さが $0.3\mu\text{m}$ 以下と薄いときに、とくに効果を発揮するが、このように磁性層の厚さが薄い媒体では、反磁界による減磁の影響も少なくなり、 80 kA/m 程度の保磁力でもすぐれた記録特性を示すことがわかった。

【0022】また、このような磁気記録媒体において、さらに以下のような構成とすると、際立つた特性を発揮できることがわかった。すなわち、最近の高記録密度化ではデジタル記録システムが主流になりつつあり、磁気記録媒体側にもエラーレートの低いことが要求されている。この観点より、(A) 非磁性支持体上に無機粉末および結合剤を含有する少なくとも1層の下塗り層を設け、その上に磁性層を設け、この磁性層の平均厚さを $0.3\mu\text{m}$ 以下とする、(B) 磁性層の異方性磁界分布を一定範囲に設定する、(C) 磁性層の磁化容易方向を長手方向とし、長手方向の保磁力が $80\sim 400\text{ kA/m}$ 、角型比が $0.6\sim 0.9$ 、飽和磁束密度が $0.1\sim 0.5\text{ T}$ となるようにする、(D) 短波長特性がとくに要求されるような用途には、磁性層面に垂直方向を磁化容易方向とし、垂直方向の保磁力が $60\sim 320\text{ kA/m}$ 、角型比が $0.5\sim 0.8$ 、飽和磁束密度が $0.1\sim 0.5\text{ T}$ となるようにすると、従来の磁気記録媒体では得られなかったすぐれた特性のデジタル記録用の磁気記録媒体が得られることがわかった。

【0023】さらに、磁気記録媒体を円盤状の形態で使用する場合、(E) 磁性層面内で磁化容易方向がランダムに分布しており、磁性層面内の任意の方向および磁性層面に垂直方向のいずれの方向においても、保磁力が $60\sim 380\text{ kA/m}$ 、角型比が $0.4\sim 0.7$ 、飽和磁束密度が $0.1\sim 0.5\text{ T}$ となるようにすることが、好ましいものであることがわかった。ここで、従来の針状磁性粉末を用いた磁気記録媒体では、磁性粉末が機械的に特定方向に配向されるため、これを防止するなんらかの無配向化処理が必要であつたが、本発明の磁性粉末を使用すると、このような無配向化処理が不要となるという大きな利点がある。

【0024】また、本発明者は、高密度記録のために最短記録波長が $1.0\mu\text{m}$ 以下の短波長記録を採用するシステムにおいて、高出力を得るため、上記薄層塗布の磁気記録媒体について改良を進めた結果、(F) 前記の磁性粉末を用いた磁性層の表面粗度を光干渉式三次元表面

粗さでP-V値が 50 nm 以下となるようにすると、高出力が得られることを見い出した。さらに、前記の磁性粉末は、従来の針状の磁性粉末と比べて、長手配向において磁性層の面内方向に並行に磁性粉末が配向する、いわゆる機械配向されることがほとんどないため、このような粒状ないし楕円状の磁性粉末の特性を生かすべく検討を進めたところ、(G) ヘリカルスキャン方式において特性向上のために必要な良好なヘッド当たりを確保する幅方向に高い弾性を達成できるものであることがわかった。

【0025】

【発明の実施の形態】高密度塗布型磁気記録媒体用として、従来使用されてきた針状の鉄コバルト合金磁性粉末では、前記した基本的指針のうち、(1)の保磁力の値が理論的限界に近づいており、また(5)の粒子サイズに関しても、現状のものより微粒子化すると均一分散することが極めて困難になり、しかも最大の問題点は、本質的に(4)と(6)の指針を同時に実現することが不可能なことである。なぜなら、保磁力の起源が針状形状とすることによる形状磁気異方性に基づいているため、その針状比は最小でも5程度までしか下げることができず、これよりも下げると一軸異方性が低下し、保磁力が小さくなるからである。

【0026】本発明者は、前記の基本的指針の下、上記従来の形状磁気異方性に基づく磁性粉末とは異なる観点で、磁気特性の向上を目指すべく、各種の磁性粉末を合成してその磁気異方性を調べた結果、希土類、鉄およびホウ素を少なくとも構成元素とした希土類-鉄-ホウ素系磁性材料では、大きな結晶磁気異方性を有しているため、針状形状にする必要がなく、粒状ないし楕円状の磁性粉末としても一方向に大きな保磁力を発現させるものであることがわかった。なお、本発明にいう楕円状の磁性粉末とは、長軸径と短軸径の比が2以下のものを指し、従来の磁気記録媒体用の磁性粉末とは本質的にその形状が相違するものである。

【0027】希土類-鉄-ホウ素磁性材料は、一般に、粉末冶金的方法によるサブミクロンオーダの粒子を用いた高性能磁石材料として知られている。たとえば永久磁石用のネオジウム-鉄-ホウ素系磁性材料は $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ で表される組成を有し、 800 kA/m 以上の極めて大きな保磁力を有している。しかし、磁気記録媒体の保磁力は記録ヘッドとの関係において決定され、通常、磁気ヘッドの飽和磁束密度の約 $1/6$ 程度の保磁力の磁気記録媒体までしか磁気記録できないといわれているため、上記のような高すぎる保磁力では磁気ヘッドでの記録消去が不可能で、磁気記録媒体用の磁性粉末としては使用できない。

【0028】本発明者は、前記した指針に基づき、磁気記録媒体用として適当な保磁力を得るためには、上記の永久磁石用に比べて鉄に対する希土類元素の添加量を少

なくし、またホウ素の添加量を多くすることが有効であることを見出した。また、希土類-鉄-ホウ素磁性材料は、上記のように $Nd_2Fe_{14}B$ で表される組成の化合物がとくに高い保磁力を示すことが知られているが、本発明者は、希土類元素として、Nd に代えてサマリウム (Sm)、テルビウム (Tb)、イットリウム (Y) を使用した場合でも、上記構成とすることで磁気記録媒体用として十分な大きさの保磁力が得られることも見出した。つまり、これまでは、希土類元素としてネオジウムが注目されてきたが、磁気記録媒体用にはネオジウム以外の希土類元素も使用できることを本発明者がはじめて明らかにしたものである。

【0029】永久磁石用として知られていたネオジウム以外のサマリウム、テルビウム、イットリウムなどの希土類元素についても、磁気記録媒体用としてネオジウムと同様の効果が奏される理由は明らかではない。推測では磁気記録媒体用として粒子サイズが極めて小さくなると表面効果が強調され、希土類元素とホウ素、遷移金属との反応が活発になることが原因でないかと考えられる。いずれにしても、これまで永久磁石用として注目されてきた希土類-鉄-ホウ素磁性材料を、永久磁石用よりも低保磁力領域の磁気記録媒体用として着目し、実用化に成功したのは本発明者が最初であり、全く新しい材料分野を開発するに至ったものである。

【0030】本発明者は、上記知見を踏まえて、さらに検討した結果、希土類-鉄-ホウ素磁性材料について、永久磁石用の材料として知られている組成より、希土類元素の含有量を少なくするなどの手段を加えることにより、さらには磁性粉末のコア部分を金属鉄または鉄合金、外層部分を希土類-鉄-ホウ素化合物とした構造とした、平均粒子サイズが 5~200 nm の粒状ないし楕円状の希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末としたときに、磁気ヘッドでの記録消去が可能な範囲内で、高い保磁力を示し、薄層領域の塗布型磁気記録媒体として極めてすぐれた電磁変換特性を付与することを見出した。また、この種の磁性粉末における希土類には、イットリウム、イッテルビウム、セシウム、プラセオジウム、サマリウム、ランタン、ユーロピウム、ネオジウム、テルビウムなどから選ばれる少なくとも 1 種の元素が用いられるが、その中でも、ネオジウムとサマリウム、テルビウム、イットリウムを用いたときに、高い保磁力が得られやすいこともわかった。

【0031】このような特定の希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末を、薄層領域の塗布型磁気記録媒体に適用すると、高保磁力と高飽和磁化とを同時に達成できる。すなわち、上記の磁性粉末は、希土類元素の含有量を大幅に少なくするか、あるいは磁性粉末のコア部分に金属鉄または鉄合金を主に含有するため、これ固有の高い飽和磁化が得られ、とくに金属鉄または鉄合金をコア部分とし、このコア部分を鉄-コバルト合金としたとき

に、最も高い飽和磁化が得られる。また、この金属鉄または鉄合金は形状異方性がないため、これ単独では保磁力が低くなるが、これに少量の希土類とホウ素を含有させると、保磁力が大幅に増加する。または金属鉄もしくは鉄合金をコア部分とし、このコア部分を包摂する外層部分を希土類-鉄-ホウ素化合物とすると、この化合物が高い保磁力を有するため、磁性粉末全体として高保磁力を示し、この場合に、上記化合物自体は飽和磁化は比較的低いが、金属鉄または鉄合金の高飽和磁化が維持されるため、結局、高飽和磁化と高保磁力とが同時に達成される。

【0032】このように、本発明に使用する上記特定の希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末は、金属鉄または鉄合金の磁気異方性と、希土類-鉄-ホウ素化合物の磁気異方性とが磁氣的相互作用により一体化し、とくにコア部分と外層部分とからなる粒子構造であつても、単一磁性体と同様の挙動を示して、すぐれた磁気特性を発揮するものと考えられる。このような粒子内部で複数種の磁気異方性が磁氣的相互作用により結合して一体化することは、本発明者がはじめて見出したものであり、これは従来の常識を打ち破る画期的なものといえる。

【0033】また、本発明者は、上記希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末の粒子サイズについて検討した結果、平均粒子サイズが 5~200 nm であるときに、磁性層のすぐれた磁気特性を達成できることを見出した。従来の針状の磁性粉末では、高い保磁力を維持するには、平均粒子サイズが 0.1 μm 程度までが限界であつたが、本発明の上記磁性粉末は、主に結晶異方性に保磁力の起源を有するため、平均粒子サイズが 5 nm までの極めて微粒子とすることができ、このような微粒子としてもすぐれた磁気特性を発揮させることができる。とくに好ましい平均粒子サイズとしては 8 nm 以上、より好ましくは 10 nm 以上である。

【0034】上記磁性粉末の平均粒子サイズが大きすぎると、磁性層中での磁性粉末の充填性が低下するとともに、磁性層を薄層化した場合に表面性を低下させ、さらに、磁気記録媒体とした際に粒子の大きさに起因する粒子ノイズが大きくなる。したがって、平均粒子サイズとしては 200 nm 以下とする必要があり、好ましくは 100 nm 以下、より好ましくは 50 nm 以下である。このように設定すると、極めて高い充填性が得られ、すぐれた飽和磁束密度を達成できる。

【0035】なお、本明細書において、磁性粉末の平均粒子サイズとは、透過型電子顕微鏡 (TEM) にて倍率 10 万倍で撮影した写真の粒子サイズを実測して、500 個の平均値により求められるものである。

【0036】本発明に使用する上記希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末において、高飽和磁化に寄与する金属鉄または鉄合金のうち、鉄合金とする場合の合金種としては、Mn、Zn、Ni、Cu、Co などの遷移金属がある。

その中でも、Co、Niが好ましく、とくにCoは飽和磁化を最も向上できるので、好ましい。上記の遷移金属元素の量としては、鉄に対して、5～50原子%とするのが好ましく、10～30原子%とするのがより好ましい。

【0037】また、希土類-鉄-ホウ素化合物を構成する希土類の量は、磁性粉末全体中、鉄に対して0.2～20原子%、好ましくは0.3～15原子%、より好ましくは0.5～10原子%であり、また同ホウ素の量は、磁性粉末全体中、鉄に対して0.5～30原子%、好ましくは1～25原子%、より好ましくは2～20原子%である。上記両原子%は、蛍光X線分析により測定される値である。上記希土類およびホウ素の量とすることにより、粒子内部で複数種の磁気異方性の磁氣的相互作用による結合がより強固になつて一体化され、高性能磁気記録媒体用の磁性粉末として最適な80～400kA/mの保磁力が得られる。

【0038】つぎに、上記希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末の粒子形状について、磁性塗料の分散性や薄層磁性層を形成するための特性の観点より、説明する。まず、従来の針状の磁性粉末では、ノイズ低減などの記録特性向上のために、粒子サイズを小さくしているが、その結果、必然的に比表面積が大きくなつて、結合剤との相互作用が大きくなり、結合剤への分散時に均一な分散体を得ることが困難になり、また薄層塗布のために大量の有機溶剤で希釈すると磁性粉末の凝集が生じやすくなり、配向性や表面性が劣化する。このことから、塗布型磁気記録媒体として使用しうる磁性粉末の粒子サイズには限界がある。

【0039】これに対して、本発明に使用する上記希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末は、粒子形状が粒状ないし楕円状であり、比表面積が最小となる球形に近い形状をとることが可能である。このため、従来の磁性粉末と比べて、結合剤との相互作用が小さく、磁性塗料の流動性が良好で、磁性粉末同士がたとえ凝集体を形成しても、分散が容易となり、磁性層を薄層塗布する場合にとくに適した磁性塗料を調製できるものであることがわかつた。また、その結果として、平均粒子サイズを前記した5nm程度としても十分に実用可能であることがわかつた。

【0040】また、長手記録の本質的な課題である、記録および再生減磁による出力低下の影響を低減するには、磁性層の厚さを薄くすることが有効であるが、粒子サイズが0.1μm程度の針状の磁性粉末を使用する限り、磁性層の厚さにも限界が生じる。なぜなら、磁界配向により、針状粒子は、平均的に針状方向が媒体の面内方向に並行になるように並ぶが、この配向には分布があるため、針状方向が媒体面に垂直になるように分布した粒子も存在する。このような粒子が存在すると、針状の磁性粉末が磁性層表面から突き出て、媒体の表面性を損ない、ノイズを著しく増大させる原因となる。この問題

は、磁性層の厚さが薄くなるほど顕著になるため、針状の磁性粉末を使用する限り、磁性層の厚さが0.3μm程度以下で表面の平滑な塗膜を作製することは難しいのが現状である。

【0041】また、磁性層の薄層化のために、非磁性支持体と磁性層との間に下塗り層を設ける場合、下塗り層が湿潤状態の内に針状磁性粉末を含有する磁性塗料を下塗り層上に塗布する同時重層塗布方法では、磁性粉末が下塗り層に引きずられるため、磁性層の界面で下塗り層へ針状磁性粉末が突出しやすくなり、さらに配向が乱れやすくなつて、所望の角型比が得られないとともに、磁性層表面の平滑性を低下させることとなる。このことも、針状磁性粉末を用いた場合の薄層塗布で高密度化を行う妨げの要因のひとつとなつていゝと考えられる。

【0042】これに対して、本発明に用いる希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末は、粒子サイズが小さいだけでなく、粒子形状が粒状ないし楕円状であつて、球形に近い形状をとることも可能であるため、針状の磁性粉末のように磁性層の表面から粒子が突き出るような現象は生じず、また下塗り層を設ける場合に針状磁性粉末と比べて下塗り層に磁性粉末が突出することを低減でき、表面平滑性が極めて良好な磁性層を形成できる。また、磁性層の厚さが薄くなると、磁性層からの磁束が小さくなり、その結果、出力が低下する問題を生じるが、本発明に使用する上記磁性粉末は、粒子形状が粒状ないし楕円状で、球形に近い形状をとることも可能なため、針状の磁性粉末に比べて、磁性粉末を磁性層中に高充填しやすく、その結果、高磁束密度が得られやすいという大きな利点も有している。

【0043】さらに、飽和磁化についていえば、金属または合金磁性粉末は、一般に、粒子サイズが小さくなると比表面積が大きくなつて、飽和磁化に寄与しない表面酸化層の割合が大きくなり、飽和磁化に寄与する磁性体部分が小さくなる。つまり、粒子サイズが小さくなるにしたがい、飽和磁化も小さくなる。この傾向は針状の磁性粉末においてとくに顕著であり、長軸長が0.1μm付近を境として急激に飽和磁化が小さくなる。このような飽和磁化の減少も、使用可能な粒子サイズの限界を決める要因のひとつとなつていゝ。これに対して、本発明に使用する上記希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末は、粒子形状が粒状ないし楕円状であるため、同一体積で比較した場合、比表面積は最小となり、微粒子であるにもかかわらず、高い飽和磁化を維持することが可能となるのである。

【0044】本発明において、希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末の形状を、「粒状ないし楕円状」と表現しているのは、ほぼ粒状のものから楕円状のものまでのすべてを含み（つまり、ほぼ粒状から楕円状までの中間的な形状のものも含み）、その中に含まれるいずれの形状であつてもよいことを意味する。つまり、従来の磁性粉末の形

状である「針状」と区別するため、このような表現としたものである。上記形状の中でも、比表面積が最も小さい球状ないし楕円状のものが好ましい。この形状は、粒子サイズの場合と同様に、走査型電子顕微鏡により、観察できる。

【0045】以上のように、本発明に使用する上記希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末は、飽和磁化、保磁力、粒子サイズ、粒子形状のすべてが薄層磁性層を得るのに本質的に適しており、これを使用して磁性層の平均厚さが $0.3\mu\text{m}$ 以下である磁気記録媒体を作製したときに、とくにすぐれた記録再生特性が得られることを見出したものである。上記の磁性粉末の中でも、磁性層の平均厚さが $0.3\mu\text{m}$ 以下である磁気記録媒体において高記録密度領域での特性を向上するため、飽和磁化が $10\sim 25\text{mWb/g}$ であるものを使用するのが好ましい。

【0046】なお、本明細書において、磁性粉末の保磁力および飽和磁化は、試料振動型磁力計を使用して、 25°C で印加磁界 1273.3kA/m で測定したときの基準試料による補正後の値を意味するものである。

【0047】本発明に使用する希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末は、たとえば、以下の方法により、製造できる。まず、ネオジウムやサマリウムなどの希土類イオンおよび鉄イオンまたはこれと必要により Mn 、 Zn 、 Ni 、 Cu 、 Co などの遷移金属イオンを含有する水溶液とアルカリ水溶液とを混合して、希土類および鉄またはこれと上記遷移金属との共沈物を生成する。希土類イオンおよび鉄イオンや遷移金属イオンの原料には、硫酸鉄、硝酸鉄などが用いられる。つぎに、上記の共沈物に、ホウ素化合物を加え、これを $60\sim 400^\circ\text{C}$ で加熱処理して、ホウ素を含有する希土類と鉄（またはこれと上記遷移金属）との酸化物を生成する。

【0048】上記ホウ素化合物は、ホウ素の供給元であると同時に、粒子の極度な焼結を防止しながら、目的とする粒子サイズに結晶成長させるための融剤（フラックス）としての作用も兼ねている。このようなホウ素化合物は、とくに限定されるものではないが、 H_3BO_3 、 BO_2 などが好ましく用いられる。また、ホウ素化合物は、共沈物に固体状態で混合することもできるが、共沈物とホウ素が均一に混合されるように、共沈物の懸濁液中にホウ素を溶解混合し、乾燥させて水を除去したのち、加熱処理する方が良好な物性の磁性粉末が得られる。

【0049】つぎに、上記加熱処理物を水洗し、余剰のホウ素を除去して、乾燥させ、水素などの還元雰囲気中、 $400\sim 800^\circ\text{C}$ で加熱還元すると、希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末が得られる。耐食性などの向上のため、他の元素を含ませてもよいが、この場合でも、磁性粉末全体中の希土類およびホウ素の量は、鉄に対しそれぞれ $0.2\sim 20$ 原子%および $0.5\sim 30$ 原子%であるのが望ましい。

【0050】また、上記と異なる方法として、まず、鉄イオンまたはこれと必要により Mn 、 Zn 、 Ni 、 Cu 、 Co などの遷移金属イオンを含有する水溶液とアルカリ水溶液とを混合して、鉄またはこれと上記遷移金属との共沈物を生成する。この場合も、鉄イオンや遷移金属イオンの原料には硫酸鉄、硝酸鉄などが用いられる。つぎに、この共沈物にネオジウムやサマリウムなどの希土類塩とホウ素化合物を加え、これを $60\sim 400^\circ\text{C}$ で加熱処理して、ホウ素を含有する希土類と鉄（またはこれと上記遷移金属）との酸化物を生成する。ついで、余剰のホウ素を除去し、前記同様に水素ガス中で加熱還元すると、希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末が得られる。この方法は、コア一部分が主に金属鉄または上記遷移金属との鉄合金で、外層部分が主に希土類-鉄-ホウ素化合物である構造の希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末を得るのに適している。なお、この方法においても、磁性粉末には、耐食性などの向上のため、他の元素を含ませることもできるが、この場合でも、磁性粉末全体中の希土類およびホウ素の量は、鉄に対しそれぞれ $0.2\sim 20$ 原子%および $0.5\sim 30$ 原子%であるのが望ましい。

【0051】本発明の磁気記録媒体において、磁性層は、上記の希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末を使用し、この磁性粉末と結合剤とさらに通常は研磨剤、分散剤や潤滑剤などの添加剤、カーボンブラックなどを有機溶剤中に分散混合してなる磁性塗料を調製し、この磁性塗料を非磁性支持体上に後述する下塗り層を介または介さないで塗布し、乾燥することにより、形成される。

【0052】磁性層に使用する結合剤には、塩化ビニル樹脂、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合樹脂、塩化ビニル-ビニルアルコール共重合樹脂、塩化ビニル-酢酸ビニル-無水マレイン酸共重合樹脂、塩化ビニル-水酸基含有アルキルアクリレート共重合樹脂、ニトロセルロースなどの中から選ばれる少なくとも1種とポリウレタン樹脂との組み合わせが挙げられる。その中でも、塩化ビニル-水酸基含有アルキルアクリレート共重合樹脂とポリウレタン樹脂とを併用するのが好ましい。ポリウレタン樹脂には、ポリエステルポリウレタン、ポリエーテルポリウレタン、ポリカーボネートポリウレタン、ポリエステルポリカーボネートポリウレタンなどがある。

【0053】これらの結合剤は、磁性粉末の分散性を向上し、充填性を上げるために、官能基を有するものが好ましい。官能基としては、 COOM 、 SO_3M 、 OSO_3M 、 P=O(OM)_3 、 O-P=O(OM)_2 (M は水素原子、アルカリ金属またはアミン)、 OH 、 NR_2 、 N^+R_3 (R は水素または炭化水素基)、エポキシ基などが挙げられる。2種以上の樹脂を併用する場合は、官能基を一致させるのが好ましく、中でも、 SO_3M 基で一致させるのが好ましい。

【0054】これらの結合剤の使用量としては、磁性粉

末100重量部に対して、通常5～50重量部、好ましくは10～35重量部の割合とするのがよい。とくに、結合剤として塩化ビニル系樹脂を用いる場合は5～30重量部、ポリウレタン樹脂を用いる場合は2～20重量部の割合とするのがよく、これらの樹脂を上記の使用割合で組み合わせて用いるのが最も好ましい。

【0055】これらの結合剤とともに、結合剤中に含まれる官能基などと結合させて架橋する熱硬化性の架橋剤を併用するのが望ましい。この架橋剤としては、トリレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネートなどや、これらのイソシアネート類とトリメチロールプロパンなどの水酸基を複数個有するものとの反応生成物、上記イソシアネート類の縮合生成物などの各種のポリイソシアネートが好ましい。これらの架橋剤は、結合剤100重量部に対して、通常15～70重量部の割合で用いられる。

【0056】磁性層の強度を向上するため、高硬度の研磨剤を使用するのが好ましい。この研磨剤には、 α 化率90%以上の α -アルミナ、 β -アルミナ、炭化ケイ素、酸化クロム、酸化セリウム、 α -酸化鉄、コランダム、人造ダイアモンド、窒化珪素、炭化珪素、チタンカーバイト、酸化チタン、二酸化珪素、窒化ホウ素など、モース硬度6以上の材料が単独でまたは組み合わせて使用される。また、これらの研磨剤どうしの複合体（たとえば、ある研磨剤を他の研磨剤で表面処理したものなど）を使用してもよい。これらの中でも、とくにアルミナ粒子を用いるのが好ましく、市販品には、住友化学社製の「AKP-10」、「AKP-12」、「AKP-15」、「AKP-30」、「AKP-50」、「HIT-82」、「HIT-60」、上村工業社製の「UB40B」などがある。

【0057】これらの研磨剤の粒子サイズは、0.01～1 μ mであるのが好ましい。必要により、粒子サイズの異なる研磨剤を組み合わせ使用したり、単独の研磨剤でも粒径分布を広くして同様の効果をもたせることもできる。これらの研磨剤の形状は、針状、球状、サイコロ状のいずれでもよいが、形状の一部に角を有するものが研磨性が高いので、好ましい。これらの研磨剤の使用量は、電磁変換特性とヘッド汚れの観点から、磁性粉末100重量部に対して、通常6～20重量部、好ましくは8～15重量部とするのがよい。

【0058】アルミナ粉末をはじめとする研磨剤の添加方法としては、磁性粉末や結合剤を含む磁性塗料を調製する際に、ニーダなどの混練工程や予備攪拌工程において、アルミナ粉末などの研磨剤を直接添加する方法、磁性塗料とは別にあらかじめアルミナ粉末などの研磨剤の分散液を調製しておき、この分散液を磁性塗料に別途添加する方法が挙げられる。生産性の点からいえば、別工程を設ける必要のない前者の方を採用するのがとくに好ましい。

【0059】磁性層の添加剤のひとつとして、分散剤が好ましく用いられる。分散剤には、アルキレンオキサイド系、グリセリン系、グリシドール系、アルキルフェノールエチレンオキサイド付加体などのノニオン系界面活性剤、環状アミン、エステルアミド、第四級アンモニウム塩類、ヒダントイン誘導体、複素環類、ホスホニウムまたはスルホニウム類などのカチオン系界面活性剤、カルボン酸、スルホン酸、燐酸、硫酸エステル基、燐酸エステル基などの酸性基を含むアニオン系界面活性剤、アミノ酸類、アミノスルホン酸類、アミノアルコールの硫酸または燐酸エステル類、アルキルベグダイン型などの両性界面活性剤が用いられる。

【0060】その他の分散剤として、Ti系分散剤やP系分散剤なども使用できる。Ti系分散剤としては、味の素社製の「プレナクトKR-38S」、「同KR-TTS」、「同KR-46B」、「同KR-55」、「同KR-41B」、「同KR-138S」、「同KR-238S」、「同KR-44」、「同KR-9SA」などのチタネート系カツプリング剤が挙げられる。また、P系分散剤としては、リン酸モノメチル、リン酸ジメチル、リン酸モノエチル、リン酸ジエチルなどのアルキルリン酸エステル類や、フェニルホスホン酸などの芳香族リン酸類などがあり、市販品として、東方化学社製の「GARFAC RS410」、城北化学工業社製の「JP-502」、「JP-508」などが挙げられる。

【0061】磁性層の添加剤のもうひとつとして、潤滑剤が好ましく用いられる。この潤滑剤には、従来公知の脂肪酸、脂肪酸エステル、脂肪酸アミド、脂肪酸金属塩、炭化水素などを単独でまたは2種以上混合して使用できる。これらの中でも、炭素数10以上、好ましくは12～24の脂肪酸を使用するのが好ましい。このような脂肪酸は、一部が磁性粉末に吸着して、磁性粉末の分散性を助けるとともに、初期磨耗において媒体-ヘッド間の接触を和らげ、摩擦係数を低下させてヘッド汚れの低減に寄与する。このような脂肪酸としては、直鎖、分岐、不飽和、飽和のいずれの構造でもよいが、潤滑性能にすぐれる直鎖系が好ましい。このような脂肪酸としては、たとえば、ラウリン酸、ミリスチン酸、ステアリン酸、パルミチン酸、オレイン酸、イソステアリン酸などが挙げられる。

【0062】上記添加剤の使用量としては、分散剤では、磁性粉末100重量部に対して、0.5～5重量部とするのが好ましく、1～4重量部とするのがより好ましい。また、脂肪酸などの潤滑剤では、磁性粉末100重量部に対して、0.2～10重量部とするのが好ましく、0.5～5重量部とするのがより好ましい。

【0063】磁性層の摩擦係数の低下、帯電防止のために、カーボンブラックを使用するのが好ましい。このようなカーボンブラックとしては、ゴム用フアーネス、ゴ

ム用サーマル、カラー用ブラック、アセチレンブラックなどが挙げられる。これらのカーボンブラックは、比表面積が $5 \sim 500 \text{ m}^2/\text{g}$ 、DBP吸油量が $10 \sim 400 \text{ ml}/100 \text{ g}$ 、粒子径が $5 \sim 400 \text{ nm}$ 、pHが $2 \sim 10$ 、含水率が $0.1 \sim 10$ 重量%、タツブ密度が $0.1 \sim 1 \text{ g/cc}$ であるものがよい。市販品としては、コロンビアン・カーボン社製の「SEVACARB・MTC I」、カンカーブ社製の「Thermax Powder N-991」などを挙げることができる。これらのカーボンブラックの使用量としては、磁性粉末に対して、通常3重量%以下の割合とするのがよい。

【0064】磁性層の形成にあたり、磁性塗料や潤滑剤溶液などの調製に用いられる有機溶剤としては、従来から使用されている有機溶剤をすべて使用することができる。たとえば、ベンゼン、トルエン、キシレンなどの芳香族系溶剤、アセトン、シクロヘキサノン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトンなどのケトン系溶剤、酢酸エチル、酢酸ブチルなどの酢酸エステル系溶剤、ジメチルカーボネート、ジエチルカーボネートなどの炭酸エステル系溶剤、エタノール、イソプロパノールなどのアルコール系溶剤のほか、ヘキサン、テトラヒドロフラン、ジメチルホルムアミドなどが挙げられる。

【0065】磁性層と後述の下塗り層の形成に際し、従来から公知の塗料製造工程を使用でき、とくにニーダなどによる混練工程や一次分散工程を併用するのが好ましい。一次分散工程では、サンドミルを使用することにより、磁性粉末の分散性の改善とともに、表面性状を制御できるので、望ましい。この一次分散工程では、分散媒体として高硬度のジルコニアビーズを用いるのが好ましい。ジルコニアビーズは、常温等方圧成形(CIP法)や高温等方圧成形(HIP法)で得られるものが好ましく、その中でも、理論密度に近く、サンドミルなどで強分散を行ってもビーズが割れにくく、摩耗が均一に起こるHIP法によるジルコニアビーズが最も好ましい。このようなジルコニアビーズには、東レ社製の「トレセラム」、日本化学陶業社製の「ジルコニアボール」などが挙げられる。また、分散時間は、塗料の滞留時間で $30 \sim 100$ 分の範囲で適宜調整するのが好ましい。

【0066】このようにして形成される、磁性粉末、結合剤およびその他の上記各成分を含有する磁性層の磁気特性としては、磁化容易軸が長手方向の場合、長手方向の保磁力が $80 \sim 400 \text{ kA/m}$ 、とくに $95 \sim 320 \text{ kA/m}$ であり、飽和磁束密度が $0.1 \sim 0.5 \text{ T}$ 、とくに $0.2 \sim 0.4 \text{ T}$ であるのが望ましい。また、磁化容易軸が磁性層に対して垂直方向の場合、垂直方向の保磁力が $60 \sim 320 \text{ kA/m}$ 、とくに $70 \sim 300 \text{ kA/m}$ であり、飽和磁束密度が $0.1 \sim 0.5 \text{ T}$ 、とくに $0.2 \sim 0.5 \text{ T}$ であるのが望ましい。さらに、磁性層面内で磁化容易軸がランダムに分布している磁気記録媒体では、磁性層面内の任意の方向および磁性層面に垂直

方向のいずれにおいても、保磁力が $60 \sim 380 \text{ kA/m}$ 、とくに $70 \sim 300 \text{ kA/m}$ であり、飽和磁束密度が $0.1 \sim 0.5 \text{ T}$ 、とくに $0.2 \sim 0.4 \text{ T}$ であるのが望ましい。ここで、上記の磁気特性は、磁性粉末の場合と同様に、試料振動形磁束計を使用して、 25°C 、外部磁場 1273.3 kA/m での測定値をいい、直径 8 mm で磁性層面 20 面を有する試料を貼りあわせたものを測定したときの更生後の値である。

【0067】本発明に使用する希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末では、既述のとおり、磁気記録媒体としたときに、針状の磁性粉末ほど大きな飽和磁化が必要でない。磁気記録媒体に信号を記録したとき、媒体内での磁化反転領域は出力に寄与しないため、この領域はできる限り狭くするのが好ましい。しかし、保磁力の起源が形状磁気異方性に基づく従来の針状の磁性粉末では、飽和磁化が大きくなるほど磁性粉末間の磁氣的相互作用も大きくなり、急激な磁化反転を行うと、大きな静磁エネルギーが蓄積されるため、磁化反転を徐々に行う必要があり、その結果、出力に寄与しない磁化反転領域幅が広がる。これに対し、本発明に使用する希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末では、保磁力の起源が結晶磁気異方性に基づいており、磁性粉末間の磁氣的相互作用が小さく、その結果、急激な磁化反転が起こるため、磁化反転領域が狭くなり、比較的低い飽和磁化でも大きな出力が得られる。

【0068】本発明においては、磁性層の平均厚さとして、長手記録の本質的な課題であつた減磁による出力低下の問題を解決するため、 $0.3 \mu\text{m}$ 以下、好ましくは $0.01 \sim 0.3 \mu\text{m}$ 、より好ましくは $0.01 \sim 0.2 \mu\text{m}$ の薄層とした場合に、とくにその特性が顕著に発揮される。なお、磁性層の厚さは、使用する記録波長との関係で決められるものであり、最短記録波長が $1.0 \mu\text{m}$ 以下のシステムに適用する場合に本発明の効果がとくに顕著に発揮される。たとえば、DLT-4のような $0.6 \mu\text{m}$ の最短記録波長が使用されるシステムでは、磁性層の平均厚さは $0.2 \mu\text{m}$ 程度とするのが好ましく、DDS3のような $0.33 \mu\text{m}$ の最短記録波長が使用されるシステムでは、 $0.1 \mu\text{m}$ 程度とするのが好ましい。このように超薄層の磁性層厚さとする必要があるシステムに対して、本発明を適用するのが好ましい。なお、磁性層の平均厚さの下限は、生産性を考慮すると、 $0.01 \mu\text{m}$ 以上とするのが好ましい。

【0069】また、本発明において、磁気記録媒体の異方性磁界分布としては、長手方向の磁気記録媒体では 0.6 以下とするのが好ましい。こうすることにより、本発明の微粒子の磁性粉末の分散性や配向性を向上でき、同じ保磁力であつても、短波長での出力が向上し、エラーレートを改善することができる。また、異方性磁界分布は、磁性粉末の配向性に依存するため、通常、磁性粉末の配向性が向上するほど、異方性磁界分布の値も

小さくなるが、本発明に使用する磁性粉末は、従来の針状の磁性粉末に比べ、粒子サイズ分布が良好なため、ランダム配向においても良好な異方性磁界分布を示すという特徴を有している。

【0070】さらに、本発明の磁気記録媒体を最短記録波長が $1.0\mu\text{m}$ 以下の高密度記録システムに利用する場合、高出力化をはかるには、光干渉式三次元表面粗さでP-V値が 50nm 以下となるようにするのが好ましく、 40nm 以下となるようにするのがより好ましい。従来の針状磁性粉末では、薄層化のために下塗り層を設けた重層構成の磁気記録媒体とした場合、非磁性支持体に直接磁性層を塗設するのと比較して、下塗り層に磁性粉末が突出しやすくなり、それにより磁性粉末が磁性層表面に並行に配向せず、表面性を低下しやすい。しかし、本発明では、磁性粉末の形状が粒状ないし楕円状であるため、配向時に表面性の劣化をもたらすことがなく、また本発明の磁性粉末は平均粒子サイズが $5\sim 200\text{nm}$ と極めて微粒子にもかかわらず、磁性粉末の凝集が生じにくいいため、すぐれた分散性を有し、その結果、磁性層面の平滑性を向上でき、前記した高保磁力の特性と相まって、最短記録波長が $1.0\mu\text{m}$ 以下であつても、高出力を達成できる。

【0071】本発明にいう表面粗さとは、非接触表面粗度測定装置「TOPO-3D」（WYKO社製）に対物ヘッド（40倍）をセットし、測定波長 648.9nm 、測定面積 $250\mu\text{m}\times 250\mu\text{m}$ で、傾き、湾曲および円筒補正を加えて、測定回数4回の平均値から各測定点の表面粗さ（P-V）を測定し、測定点10点の平均値から求められるものである。

【0072】また、ヘリカルスキャン方式では、磁気記録媒体がシリンダに巻き付いて磁気ヘッドと接触する必要があるため、ヘッドコンタクトを向上するためには、磁気記録媒体の長手方向と幅方向の強度を最適化する必要がある。とくに最近では、ヘリカルスキャン方式でも、磁気ヘッドの先端形状を鋭角にし、磁性層面への押し込み量を大きくするとともに、磁気テープと磁気ヘッドとの相対速度が極めて高速となるように設計されているため、ヘッドコンタクトの悪化により、エンベロープの劣化を招くこととなる。このような観点から、本発明の磁気記録媒体において、磁気ヘッドとのヘッドコンタクトを改善するためには、幅方向のヤング率 $[Y_{TD}]$ の長手方向のヤング率 $[Y_{MD}]$ に対する比 $[Y_{TD}/Y_{MD}]$ を $1.0\sim 1.7$ に設定するのが好ましいことがわかった。

【0073】従来の磁性粉末は、形状が針状であるため、塗布時における機械配向によつて長軸方向が磁性層面内に並行になるように配向するとともに、高い角型比を得るために長手方向に磁界配向させるため、長軸方向がさらに長手方向に揃った形態となる。したがつて、磁性層の強度としては、必然的に長手方向が幅方向に比較

して高くならざるを得ず、等方的であることが望まれる磁気ヘッドとのヘッドコンタクトを劣化させることとなる。これに対し、本発明の磁気記録媒体は、磁性粉末として粒状ないし楕円状の磁性粉末を使用しているため、針状の磁性粉末と比べ、塗布時に機械配向されることがほとんどなく、また磁界配向においても磁性粉末が磁性層面内に並行となるような配向形態をとることもない。その結果、幅方向の強度を高くすることが可能となり、好ましくは前記比を $1.2\sim 1.6$ とすることもできる。なお、前記の各ヤング率は、 25°C 、 $60\%\text{RH}$ における 0.3% 伸びでの値を意味するものである。

【0074】つぎに、本発明においては、磁性層を薄層化する場合に、磁性粉末の粒子形状によるすぐれた表面平滑性をより良く発揮させるために、非磁性支持体と磁性層との間に少なくとも1層の下塗り層を設けると、より好ましい特性が得られる。すなわち、本発明に使用する前記特定の磁性粉末によると、磁性塗料の流動性にすぐれて、塗布時のレベリングが向上し、磁性層のすぐれた表面平滑性が達成されるが、その際に、下塗り層を設けて塗布特性が近似したこの下塗り層上に塗布すると、非磁性支持体上に直接塗布するよりも、上記レベリングがより向上し、また非磁性支持体の表面性による影響も抑制できる。

【0075】下塗り層の構成成分には、無機粉末、結合剤、潤滑剤、カーボンブラックなどがある。無機粉末には、非磁性粉、磁性粉のいずれも使用できる。非磁性粉としては、 α -化率 90% 以上の α -アルミナ、 β -アルミナ、 γ -アルミナ、 α -酸化鉄、 TiO_2 （ルチル、アナターゼ）、 TiO_x 、酸化セリウム、酸化スズ、酸化タングステン、 ZnO 、 ZrO_2 、 SiO_2 、 Cr_2O_3 、ゲータイト、コランダム、窒化珪素、チタンカーバイト、酸化マグネシウム、窒化硼素、二硫化モリブデン、酸化銅、 MgCO_3 、 CaCO_3 、 BaCO_3 、 SrCO_3 、 BaSO_4 、炭化珪素、炭化チタンなどが単独でまたは組み合わせて使用される。磁性粉としては、 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Co-}\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、Fe合金、 CrO_2 、Baフェライトなどの磁性粉が用いられる。

【0076】これらの無機粉末は、球状、針状、板状のいずれの形状であつてもよい。無機粉末の粒径は、あまりに大きすぎると、下塗り層の表面性が低下し、磁性層の表面性に影響を与えるため、 $0.5\mu\text{m}$ 以下であるのが好ましい。また、あまりに小さすぎると、下塗り層の無機粉末の充填性が上がり、潤滑剤を保持できる空孔が減少するとともに、クツション効果も低下するため、 $0.05\mu\text{m}$ 以上であるのが好ましい。無機粉末の使用量は、上記粒径と同様の理由から、下塗り層全体の $60\sim 90$ 重量%、とくに $70\sim 80$ 重量%であるのが好ましい。

【0077】下塗りに使用する結合剤には、磁性層を形成する前記の結合剤と同様の樹脂が用いられ、好ましく

は磁性層の結合剤と同種の樹脂を用いるのがよい。とくに塩化ビニル系樹脂とポリウレタン樹脂との併用系で一致させると、下塗り層と磁性層との弾性が近くなり、磁気ヘッドからの荷重を良好に分散させることができる。また、下塗り層の結合剤は、磁性層の結合剤と同種の官能基を有しているのが望ましい。とくに塩化ビニル系樹脂とポリウレタン樹脂との併用系において、下塗り層と磁性層とで官能基を一致させると、両層の接着性が向上するとともに、下塗り層から磁性層への潤滑剤の浸出が円滑となるため、好ましい。

【0078】下塗り層の結合剤の使用量は、無機粉末100重量部に対して、15~45重量部、とくに15~40重量部であるのが好ましい。なお、下塗り層の強度を上げるために、磁性層の場合と同様に、上記の結合剤とともに、結合剤中に含まれる官能基などと結合させて架橋する熱硬化性の架橋剤を併用するのも望ましい。架橋剤の使用量としては、上記の結合剤100重量部に対して、通常15~70重量部とするのが好ましい。

【0079】下塗り層に使用する潤滑剤としては、磁性層と同様の潤滑剤を使用できるが、脂肪酸は脂肪酸エステルよりも上層への浸出性に劣るため、脂肪酸エステルを単独でまたは脂肪酸エステルの添加比率を大きくして使用するのが望ましい。下塗り層の潤滑剤の添加量は、無機粉末100重量部に対し、通常2~18重量部、好ましくは2.5~16重量部、より好ましくは2.5~14重量部とするのがよい。下塗り層への脂肪酸と脂肪酸エステルの添加比率は、重量比で0/100~60/40、とくに0/100~50/50であるのが好ましい。潤滑剤を下塗り層に含ませるには、下塗り層用塗料のニーダなどによる混合の際に一緒に添加するか、上記混合の前または後に添加するか、あるいはあらかじめ形成された下塗り層の表面に潤滑剤溶液などを塗布または噴霧すればよい。

【0080】下塗り層に使用するカーボンブラックとしては、粒径0.01~0.03 μm のカーボンブラックと、粒径0.05~0.3 μm のカーボンブラックとを併用するのが好ましい。前者のカーボンブラックは、磁性層の場合と同様に潤滑剤を保持する空孔を確保するためのものであり、また後者のカーボンブラックは、下塗り層の塗膜強度の向上とクツシヨン効果の両立をはかるためのものである。下塗り層へのカーボンブラックの添加量は、両者のカーボンブラックを合わせて、無機粉末100重量部に対して、通常5~70重量部、とくに15~40重量部とするのが好ましい。

【0081】粒径0.01~0.03 μm のカーボンブラックとしては、Cabot社製の「BLACK PEARLS 800」、「Mogul-L」、「VULCANXC-72」、「Regal 660R」、コロンビアン・カーボン社製の「Raven 1255」、「Conductex SC」などがある。また、粒径

0.05~0.3 μm のカーボンブラックとしては、Cabot社製の「BLACK PEARLS 130」、「Monarch 120」、コロンビアン・カーボン社製の「Raven 450」、「Raven 410」、カンカーブ社製の「Termax Powder-N-991」などがある。

【0082】下塗り層の形成にあたり、下塗り層用塗料や潤滑剤溶液の調製用溶剤として、磁性層の場合と同様の芳香族系溶剤、ケトン系溶剤、エステル系溶剤、アルコール系溶剤や、ヘキサン、テトラヒドロフランなどの有機溶剤が用いられる。また下塗り層の平均厚さは、0.1~10 μm とするのが好ましく、0.5~5 μm とするのがより好ましい。下塗り層の平均厚さは、磁性層の平均厚さに対して、1.1~200倍であるのが好ましく、2~50倍であるのがより好ましい。

【0083】なお、本明細書において、磁性層および下塗り層の平均厚さは、いずれも、磁気記録媒体をマイクロームで切断し、厚さ方向の断面を透過型電子顕微鏡により倍率50,000倍で観察した断面写真を1cm間隔で10点測定したときの5箇所の測定点の平均値から、求められるものである。

【0084】本発明において、非磁性支持体としては、従来から使用されている磁気記録媒体用の非磁性支持体をいずれも使用できる。具体的には、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレートなどのポリエステル類、ポリオレフィン類、セルローストリアセテート、ポリカーボネート、ポリアミド、ポリイミド、ポリアミドイミド、ポリスルホン、アラミド、芳香族ポリアミドなどからなる、厚さが通常2~100 μm のプラスチックフィルムが用いられる。これらの非磁性支持体の中でも、高密度記録のために全厚を薄くする場合、磁気ヘッドとのヘッドコンタクトを良好にするためにも、幅方向の0.3%伸びのヤング率が $5.0 \times 10^9 \text{ N/m}^2$ 以上、好ましくは $6.0 \times 10^9 \text{ N/m}^2$ 以上で $22.0 \times 10^9 \text{ N/m}^2$ 以下となる、幅方向の強度を高くしたポリエステル系フィルムやポリアミド系フィルムを用いるのが望ましい。非磁性支持体の表面粗さは、磁性層とは反対側の面に後述するバツクコート層を設ける場合、両面側で表面性の異なるものを用いるのが好ましい。このような表面性の相違により、磁性層とバツクコート層のP-V値が制御しやすくなる。

【0085】非磁性支持体には、下塗り層との接着性を向上するため、樹脂層を設けることもできる。この樹脂層としては、ポリエステル樹脂、ポリウレタン樹脂などが挙げられる。これら樹脂の中でも、COOM、SO₃M、OSO₃M、P=O(OM)₃、O-P=O(OM)₂（Mは水素原子、アルカリ金属またはアミン）の官能基を有する樹脂は、非磁性支持体との接着性が良好であるとともに、下塗り層との接着性も向上できるので、とくに好ましい。また、このような樹脂層は、プロ

ツキング防止のため、シリカなどの無機粉末を有する樹脂層としてもよい。このような樹脂層の厚さとしては、通常0.1 μ m以下とするのがよく、とくに好ましくは0.01~0.08 μ mであるのがよい。

【0086】使用環境、とくに高温環境下の試験において発生する非磁性支持体の収縮の異方性が大きいと追従性が低下し、トラッキングエラーが生じやすい。このため、非磁性支持体としては、105℃、30分での熱収縮率、つまり105℃で30分熱処理し放冷したのちの熱収縮が、縦方向で1.5%以下、横方向で1.0%以下であるのが好ましい。上記の熱収縮率とは、非磁性支持体の幅10mm、長さ300mmの試験片6本をMD/TDより各々採取し、105℃の熱風中で30分熱処理し冷却したのちの長さを測定し、〔(元の長さ-収縮後の長さ)/元の長さ〕×100(%)の平均値として、求められるものである。

【0087】本発明において、上記の非磁性支持体上に下塗り層および磁性層を形成するための塗布工程では、グラビア塗布、ロール塗布、ブレード塗布、エクストルージョン塗布などの従来から公知の塗布方法が用いられる。その際、下塗り層および磁性層の塗布方法は、非磁性支持体上に下塗り層を塗布乾燥したのちに磁性層を塗布する、逐次重層塗布方法か、下塗り層と磁性層とを同時に塗布する、同時重層塗布方法かのいずれを採用してもよい。塗布時における薄層磁性層のレベリングを考えると、下塗り層が湿潤状態のうちに磁性層を塗布する、同時重層塗布方式を採用するのがとくに好ましい。従来の針状の磁性粉末では、上記の同時重層塗布方式においては磁性層との界面で乱れが生じて、磁性粉末が下塗り層に突出しやすくなり、磁性層の表面性を低下させやすいという問題があつたが、本発明にはこのような問題がなく、上記の塗布方式を有効に適用できる。

【0088】このような塗布方式には、特開昭48-22605号公報、特開昭48-98803号公報、特開昭48-99233号公報、特開昭61-139929号公報などに開示されている、下塗り層用塗料をグラビア塗布、ロール塗布などにより塗布し、この下塗り層上にバツクロールを有する形態でエクストルージョン型塗布ヘッドを用いて磁性塗料を塗布する方法、下塗り層用塗料を塗布したのち、バツクアツプロールで非磁性支持体を支持した状態で、その間に磁性塗料を塗出する、エクストルージョン型塗布ヘッドを押し付け塗布する方法、さらには下塗り層用塗料と磁性塗料を塗出する2以上のスリットを有する一体型のエクストルージョン型塗布ヘッドで塗布する方法などが挙げられる。

【0089】本発明の磁気記録媒体は、非磁性支持体の磁性層とは反対側の面にバツクコート層を設けてもよい。バツクコート層には、導電性のカーボンブラックのほか、摩擦係数の低減や機械的強度を高める目的で、研磨剤として一般に用いられている α -Fe₂O₃、Fe

₃O₄、TiO₂、グラフアイト、CaO、SiO₂、Cr₂O₃、 α -Al₂O₃、SiC、CaCO₃、BaSO₄、ZnO、MgO、窒化ホウ素、TiC、ZnS、MgCO₃、SnO₂などの無機非磁性粉末を含ませることができる。また、バツクコート層には、必要により、高級脂肪酸、脂肪酸エステル類、シリコンオイル類などの潤滑剤、界面活性剤などの分散剤、その他の各種添加剤を含ませることができる。

【0090】バツクコート層の結合剤には、磁性層の結合剤と同様のものを使用できるが、中でも、摩擦係数を低減し、走行性を向上させるため、セルロース系樹脂とポリウレタン樹脂を併用するのが好ましい。これらの結合剤の使用量は、カーボンブラックや無機非磁性粉末100重量部に対し、通常15~200重量部程度とするのが好ましい。これらの結合剤を硬化させるために、ポリイソシアネート化合物などの架橋剤を併用してもよい。また、このようなバツクコート層の平均厚さとしては、カレンダー加工後で0.3~1.0 μ m程度とするのが好ましい。バツクコート層が厚すぎると磁気記録媒体全体の厚さが厚くなり、薄すぎると非磁性支持体の表面性の影響でバツクコート層の表面性が低下し、バツクコート層の表面が磁性層に転写されて、電磁変換特性などが悪化しやすい。

【0091】本発明の磁気記録媒体の製造においては、塗布乾燥後、プラスチックロールや金属ロールを使用したカレンダーによる表面処理を行うのが望ましい。カレンダー処理を行うことにより、磁性層表面とバツクコート層表面のP-V値を調整できるとともに、磁性粉末の充填度を上げて、残留磁束密度を向上させることができる。処理温度は、通常60℃以上、とくに80℃以上で200℃以下であるのがよい。線圧力は、通常115kN/m以上、とくに150kN/m以上で400kN/m以下であるのがよく、また速度は20~700m/分であるのがよい。とくに、80℃以上の処理温度で190kN/m以上の線圧としたときに、上記の効果をより一層高めることができる。

【0092】また、本発明の磁気記録媒体の製造においては、上記のカレンダー処理後にエージングするのが好ましい。エージングすることにより、塗膜硬化が進み、塗膜強度を向上させることができる。エージングの温度は、あまりに高すぎると磁気シートの巻き締まりが顕著となり、バツクコート層の表面粗さが転写し、磁性層の表面性を劣化させるおそれがあるため、70℃以下で行うのが望ましい。また、調湿のため、5~60%RHの環境で行うのが好ましい。

【0093】さらに、ドロツプアウトの要因となる磁性層表面の塵埃成分を除去するため、またあらかじめ磁性層表面の脆弱部分を取り除くため、さらに磁性層の表面性を調整するため、磁性層の塗布乾燥後、研磨処理するのが好ましい。研磨処理としては、ブレード処理や研磨

ホイールによる処理があるが、生産性の点より、研磨ホイールによる処理が好ましい。研磨ホイールによる処理については、特開昭62-150519号公報、特開昭62-172532号公報、特開平2-23521号公報などに記載されている。ホイールの研磨部分に用いる材質としては、セラミックス、超鋼、サファイア、ダイヤモンドなどが挙げられる。また、研磨ホイールを使用する場合、ホイールの周速としては、テープ走行速度（50～300m/分）に対して±200%の範囲とするのが好ましく、またホイールへの巻付け角としては、10～80°とするのが好ましい。

【0094】

【実施例】以下、本発明の実施例を記載して、より具体的に説明する。なお、以下において、部とあるのは重量部を意味するものとする。

【0095】実施例1

0.074モルの硝酸鉄（III）と0.002モルの硝酸ネオジウムを600ccの水に溶解した。この硝酸塩水溶液とは別に、0.222モルの水酸化ナトリウムを600ccの水に溶解した。この水酸化ナトリウムの水溶液に、上記の硝酸塩水溶液を加えて、5分間攪拌し、鉄とネオジウムの水酸化物（共沈物）を生成した。この水酸化物を水洗したのち、ろ過して水酸化物を取り出した。この水酸化物が水を含んだ状態で、さらに30ccの水と0.5モルのホウ酸（ H_3BO_3 ）を加えて、ホウ酸水溶液中で60℃に加熱しながら鉄とネオジウムの水酸化物を再分散させた。この分散液をバットに広げ、60℃で4時間乾燥して水を除去し、鉄とネオジウムからなる水酸化物とホウ酸の均一混合物を得た。

【0096】この混合物を解砕し、アルミナルツボに入れて、空気中、200℃で4時間加熱処理して、ホウ素が結合したネオジウム-鉄酸化物とした。この反応に際し、ホウ酸は、ホウ素の供給元であると同時に、粒子の極度な焼結を防止しながら、目的とする粒子サイズに結晶成長させるための融剤（フラックス）としての作用も兼ねている。この加熱処理物を水洗し、余剰のホウ素を除去し、ホウ素が結合したネオジウム-鉄酸化物粒子を取り出した。この酸化物粒子を、水素気流中、450℃で4時間加熱還元し、ネオジウム-鉄-ホウ素系磁性粉末とした。その後、水素ガスを流した状態で室温まで冷却し、窒素/酸素混合ガスに切り換えて、温度を再び60℃まで昇温し、窒素/酸素混合ガス気流中、8時間の安定化処理を行ったのち、空気中に取り出した。

【0097】得られたネオジウム-鉄-ホウ素系磁性粉末は、蛍光X線による測定で、鉄に対するネオジウムの含有量が2.4原子%、鉄に対するホウ素の含有量が9.1原子%であった。この磁性粉末は、透過型電子顕微鏡（倍率：10万倍）で観察した結果、図1に示すようにほぼ球状ないし楕円状の粒子で、平均粒子サイズは25nmであった。また、1273.3kA/mの磁界

を印加して測定した飽和磁化は16.6μWb/g、保磁力は191.8kA/mであった。

【0098】実施例2

硝酸ネオジウムの添加量を0.002モルから0.008モルに変更した以外は、実施例1と同様にして、ネオジウム-鉄-ホウ素系磁性粉末を製造した。この磁性粉末は、蛍光X線による測定で、鉄に対するネオジウムの含有量が8.2原子%、鉄に対するホウ素の含有量が8.3原子%であった。また、この磁性粉末を透過型電子顕微鏡（倍率：10万倍）で観察したところ、実施例1と同様にほぼ球状ないし楕円状の粒子で、平均粒子サイズは30nmであった。さらに、1273.3kA/mの磁界を印加して測定した飽和磁化は15.0μWb/g、保磁力は219.6kA/mであった。

【0099】実施例3

0.140モルの硝酸鉄（III）と0.002モルの硝酸ネオジウムを200ccの水に溶解した。この硝酸塩水溶液とは別に、0.42モルの水酸化ナトリウムを200ccの水に溶解した。上記の硝酸塩水溶液に、上記の水酸化ナトリウムの水溶液を加えて、5分間攪拌し、鉄とネオジウムの水酸化物を生成した。この水酸化物を水洗したのち、ろ過して水酸化物を取り出した。この水酸化物が水を含んだ状態で、さらに150ccの水と0.1モルのホウ酸を添加して、ホウ酸水溶液中で鉄とネオジウムの水酸化物を再分散させた。この分散液を90℃で2時間加熱処理したのち、水洗して余剰のホウ酸を除去し、60℃で4時間乾燥して、ホウ酸を含有した鉄とネオジウムからなる水酸化物を得た。

【0100】この水酸化物を、空気中、300℃で2時間加熱脱水したのち、水素気流中、450℃で4時間加熱還元し、ネオジウム-鉄-ホウ素系磁性粉末とした。その後、水素ガスを流した状態で室温まで冷却し、窒素/酸素混合ガスに切り換えて、温度を再び60℃まで昇温し、窒素/酸素混合ガス気流中、8時間の安定化処理を行ったのち、空気中に取り出した。

【0101】得られたネオジウム-鉄-ホウ素系磁性粉末は、蛍光X線による測定で、鉄に対するネオジウムの含有量が1.3原子%、鉄に対するホウ素の含有量が5.1原子%であった。この磁性粉末は、透過型電子顕微鏡（倍率：10万倍）で観察した結果、実施例1と同様にほぼ球状ないし楕円状の粒子で、平均粒子サイズは15nmであった。また、1273.3kA/mの磁界を印加して測定した飽和磁化は16.1μWb/g、保磁力は162.3kA/mであった。

【0102】実施例4

硝酸ネオジウムの添加量を0.002モルから0.001モルに変更した以外は、実施例3と同様にして、ネオジウム-鉄-ホウ素系磁性粉末を製造した。この磁性粉末は、蛍光X線による測定で、鉄に対するネオジウムの含有量が0.7原子%、鉄に対するホウ素の含有量が

6. 3原子%であつた。また、この磁性粉末を透過型電子顕微鏡（倍率：10万倍）で観察したところ、実施例1と同様にほぼ球状ないし楕円状の粒子で、平均粒子サイズは15nmであつた。さらに、1273.3kA/mの磁界を印加して測定した飽和磁化は16.8μWb/g、保磁力は173.5kA/mであつた。

【0103】実施例5

0.140モルの硝酸鉄(III)を200ccの水に溶解した。この硝酸塩水溶液とは別に、0.42モルの水酸化ナトリウムを200ccの水に溶解した。上記の硝酸塩水溶液に、上記の水酸化ナトリウムの水溶液を加えて、5分間攪拌し、鉄の水酸化物を生成した。この水酸化物を水洗したのち、ろ過して水酸化物を取り出した。この水酸化物が水を含んだ状態で、さらに150ccの水と0.002モルの硝酸ネオジウムおよび0.2モルのホウ酸を添加して、ネオジウムイオンとホウ酸の水溶液中で鉄とネオジウムの水酸化物を再分散させた。この分散液をバットに広げ、60℃で4時間乾燥して水を除去し、鉄とネオジウムからなる水酸化物とホウ酸との均一混合物を得た。

【0104】この混合物を解砕し、アクミナルツボに入れて、空气中、200℃で4時間加熱処理して、ホウ素が結合したネオジウム-鉄酸化物とした。この加熱処理物を水洗し、余剰のホウ素を除去し、ホウ素が結合したネオジウム-鉄酸化物粒子を取り出した。この酸化物粒子を、水素気流中、450℃で4時間加熱還元し、ネオジウム-鉄-ホウ素系磁性粉末とした。その後、水素ガスを流した状態で室温まで冷却し、窒素/酸素混合ガスに切り換えて、温度を再び60℃まで昇温し、窒素/酸素混合ガス気流中、8時間の安定化処理を行つたのち、空気中に取り出した。

【0105】得られたネオジウム-鉄-ホウ素系磁性粉末は、蛍光X線による測定で、鉄に対するネオジウムの含有量が0.9原子%、鉄に対するホウ素の含有量が7.9原子%であつた。この磁性粉末は、透過型電子顕微鏡（倍率：10万倍）で観察した結果、実施例1と同様にほぼ球状ないし楕円状の粒子で、平均粒子サイズは30nmであつた。また、1273.3kA/mの磁界を印加して測定した飽和磁化は17.7μWb/g、保磁力は146.4kA/mであつた。

【0106】実施例6

ホウ酸とともに添加する硝酸ネオジウムの量を0.002モルから0.005モルに変更した以外は、実施例5と同様に、ネオジウム-鉄-ホウ素系磁性粉末を製造した。この磁性粉末は、蛍光X線による測定で、鉄に対するネオジウムの含有量が1.6原子%、鉄に対するホウ素の含有量が5.6原子%であつた。また、この磁性粉末を透過型電子顕微鏡（倍率：10万倍）で観察したところ、実施例1と同様にほぼ球状ないし楕円状の粒子で、平均粒子サイズは25nmであつた。さらに、1

273.3kA/mの磁界を印加して測定した飽和磁化は16.7μWb/g、保磁力は157.6kA/mであつた。

【0107】実施例7

0.140モルの硝酸鉄(III)と0.002モルの硝酸サマリウムを200ccの水に溶解した。この硝酸塩水溶液とは別に、0.42モルの水酸化ナトリウムを200ccの水に溶解した。上記の硝酸塩水溶液に、上記の水酸化ナトリウムの水溶液を加えて、5分間攪拌し、鉄とサマリウムの水酸化物を生成した。この水酸化物を水洗したのち、ろ過して水酸化物を取り出した。この水酸化物が水を含んだ状態で、さらに150ccの水と0.1モルのホウ酸を添加して、ホウ酸水溶液中で鉄とサマリウムの水酸化物を再分散させた。この分散液を90℃で2時間加熱処理したのち、水洗して余剰のホウ酸を除去し、60℃で4時間乾燥して、ホウ酸を含有した鉄とサマリウムからなる水酸化物を得た。

【0108】この水酸化物を、空气中、300℃で2時間加熱脱水したのち、水素気流中、450℃で4時間加熱還元し、サマリウム-鉄-ホウ素系磁性粉末とした。その後、水素ガスを流した状態で室温まで冷却し、窒素/酸素混合ガスに切り換えて、温度を再び60℃まで昇温し、窒素/酸素混合ガス気流中、8時間の安定化処理を行つたのち、空気中に取り出した。

【0109】得られたサマリウム-鉄-ホウ素系磁性粉末は、蛍光X線による測定で、鉄に対するサマリウムの含有量が1.2原子%、鉄に対するホウ素の含有量が5.6原子%であつた。この磁性粉末は、透過型電子顕微鏡（倍率：10万倍）で観察した結果、実施例1と同様にほぼ球状ないし楕円状の粒子で、平均粒子サイズは15nmであつた。また、1273.3kA/mの磁界を印加して測定した飽和磁化は16.5μWb/g、保磁力は156.0kA/mであつた。

【0110】実施例8

硝酸サマリウムの添加量を0.002モルから0.001モルに変更した以外は、実施例7と同様に、サマリウム-鉄-ホウ素系磁性粉末を製造した。この磁性粉末は、蛍光X線による測定で、鉄に対するサマリウムの含有量が0.7原子%、鉄に対するホウ素の含有量が7.1原子%であつた。また、この磁性粉末を透過型電子顕微鏡（倍率：10万倍）で観察したところ、実施例1と同様にほぼ球状ないし楕円状の粒子で、平均粒子サイズは20nmであつた。さらに、1273.3kA/mの磁界を印加して測定した飽和磁化は17.7μWb/g、保磁力は164.7kA/mであつた。

【0111】実施例9

0.140モルの硝酸鉄(III)と0.002モルの硝酸サマリウムを200ccの水に溶解した。この硝酸塩水溶液とは別に、0.42モルの水酸化ナトリウムを200ccの水に溶解した。上記の硝酸塩水溶液に、上記

の水酸化ナトリウムの水溶液を加えて、5分間攪拌し、鉄とサマリウムの水酸化物を生成した。この水酸化物を水洗したのち、ろ過して水酸化物を取り出した。この水酸化物が水を含んだ状態で、さらに50ccの水と0.5モルのホウ酸を添加して、60℃に加熱しながらホウ酸水溶液中で鉄とサマリウムの水酸化物を再分散させた。この分散液をバットに広げ、60℃で4時間乾燥して水を除去し、鉄とサマリウムからなる水酸化物とホウ酸との均一混合物を得た。

【0112】この均一混合物を解砕し、アルミナルツボに入れて、空气中、200℃で4時間加熱処理して、ホウ素が結合したサマリウム-鉄酸化物とした。このホウ酸を含有した鉄とサマリウムとからなる水酸化物を、空气中、300℃で2時間加熱脱水したのち、水素気流中、450℃で4時間加熱還元し、サマリウム-鉄-ホウ素系磁性粉末とした。その後、水素ガスを流した状態で室温まで冷却し、窒素/酸素混合ガスに切り換えて、温度を再び60℃まで昇温し、窒素/酸素混合ガス気流中、8時間の安定化処理を行つたのち、空气中に取り出した。

【0113】得られたサマリウム-鉄-ホウ素系磁性粉末は、蛍光X線による測定で、鉄に対するサマリウムの含有量が1.4原子%、鉄に対するホウ素の含有量が9.5原子%であつた。この磁性粉末は、透過型電子顕微鏡（倍率：10万倍）で観察した結果、実施例1と同様にほぼ球状ないし楕円状の粒子で、平均粒子サイズは25nmであつた。また、1273.3kA/mの磁界を印加して測定した飽和磁化は16.7μWb/g、保磁力は183.0kA/mであつた。

【0114】実施例10

0.098モルの硝酸鉄(III)と0.042モルの硝酸コバルトと0.002モルの硝酸ネオジウムを200ccの水に溶解した。この硝酸塩水溶液とは別に、0.42モルの水酸化ナトリウムを200ccの水に溶解した。上記の硝酸塩水溶液に、上記の水酸化ナトリウムの水溶液を加えて、5分間攪拌し、鉄とコバルトとネオジウムの水酸化物を生成した。この水酸化物を水洗したのち、ろ過して水酸化物を取り出した。この水酸化物が水を含んだ状態で、さらに150ccの水と0.1モルのホウ酸を添加して、ホウ酸水溶液中で鉄とコバルトとネオジウムの水酸化物を再分散させた。この分散液を90℃で2時間加熱処理したのち、水洗して余剰のホウ酸を除去し、60℃で4時間乾燥して、ホウ酸を含有した鉄とコバルトとネオジウムからなる水酸化物を得た。

【0115】この水酸化物を、空气中、300℃で2時間加熱脱水したのち、水素気流中、450℃で4時間加熱還元し、ネオジウム-鉄-コバルト-ホウ素系磁性粉末とした。その後、水素ガスを流した状態で室温まで冷却し、窒素/酸素混合ガスに切り換えて、温度を再び60℃まで昇温し、窒素/酸素混合ガス気流中、8時間の

安定化処理を行つたのち、空气中に取り出した。

【0116】得られたネオジウム-鉄-コバルト-ホウ素系磁性粉末は、蛍光X線による測定で、鉄に対するネオジウムの含有量が1.9原子%、鉄に対するコバルトの含有量が40.1原子%、鉄に対するホウ素の含有量が7.5原子%であつた。この磁性粉末は、透過型電子顕微鏡（倍率：10万倍）で観察した結果、実施例1と同様にほぼ球状ないし楕円状の粒子で、平均粒子サイズは20nmであつた。また、1273.3kA/mの磁界を印加して測定した飽和磁化は19.7μWb/g、保磁力は174.3kA/mであつた。

【0117】実施例11

硝酸鉄(III)の添加量を0.098モルから0.126モルに、硝酸コバルトの添加量を0.042モルから0.014モルに、変更した以外は、実施例10と同様にして、ネオジウム-鉄-コバルト-ホウ素系磁性粉末を製造した。この磁性粉末は、蛍光X線による測定で、鉄に対するネオジウムの含有量が1.5原子%、鉄に対するコバルトの含有量が10.8原子%、鉄に対するホウ素の含有量が6.1原子%であつた。また、この磁性粉末を透過型電子顕微鏡（倍率：10万倍）で観察したところ、実施例1と同様にほぼ球状ないし楕円状の粒子で、平均粒子サイズは15nmであつた。さらに、1273.3kA/mの磁界を印加して測定した飽和磁化は18.0μWb/g、保磁力は173.5kA/mであつた。

【0118】実施例12

硝酸ネオジウムに代えて硝酸サマリウムを使用した以外は、添加量および製造工程ともに、実施例10と同様にして、サマリウム-鉄-コバルト-ホウ素系磁性粉末を製造した。この磁性粉末は、蛍光X線による測定で、鉄に対するサマリウムの含有量が1.8原子%、鉄に対するコバルトの含有量が41.6原子%、鉄に対するホウ素の含有量が8.0原子%であつた。また、この磁性粉末を透過型電子顕微鏡（倍率：10万倍）で観察した結果、実施例1と同様にほぼ球状ないし楕円状の粒子で、平均粒子サイズは20nmであつた。さらに、1273.3kA/mの磁界を印加して測定した飽和磁化は19.3μWb/g、保磁力は183.0kA/mであつた。

【0119】実施例13

硝酸ネオジウムに代えて硝酸サマリウムを使用し、かつ硝酸鉄(III)の添加量を0.098モルから0.112モルに、硝酸コバルトの添加量を0.042モルから0.028モルに、それぞれ変更した以外は、添加量および製造工程ともに、実施例10と同様にして、サマリウム-鉄-コバルト-ホウ素系磁性粉末を製造した。この磁性粉末は、蛍光X線による測定で、鉄に対するサマリウムの含有量が1.6原子%、鉄に対するコバルトの含有量が26.0原子%、鉄に対するホウ素の含有量が

7. 1原子%であつた。また、この磁性粉末を透過型電子顕微鏡（倍率：10万倍）で観察したところ、実施例1と同様にほぼ球状ないし楕円状の粒子で、平均粒子サイズは20nmであつた。さらに、1273.3kA/mの磁界を印加して測定した飽和磁化は18.6μWb/g、保磁力は169.5kA/mであつた。

【0120】実施例14

0.042モルの硝酸コバルトに代えて、0.035モルの硝酸コバルトおよび0.007モルの硝酸ニッケルに変更した以外は、実施例10と同様にして、ネオジウム-鉄-コバルト-ニッケル-ホウ素系磁性粉末を製造した。この磁性粉末は、蛍光X線による測定で、鉄に対するネオジウムの含有量が1.8原子%、鉄に対するコバルトの含有量が33.9原子%、鉄に対するニッケルの含有量が6.8原子%、鉄に対するホウ素の含有量が7.7原子%であつた。また、この磁性粉末を透過型電子顕微鏡（倍率：10万倍）で観察したところ、実施例1と同様にほぼ球状ないし楕円状の粒子で、平均粒子サイズは20nmであつた。さらに、1273.3kA/mの磁界を印加して測定した飽和磁化は17.5μWb/g、保磁力は160.8kA/mであつた。

【0121】比較例1

0.140モルの硝酸鉄（III）と0.002モルの硝酸ネオジウムを200ccの水に溶解した。この硝酸塩水溶液とは別に、0.42モルの水酸化ナトリウムを200ccの水に溶解した。上記の硝酸塩水溶液に、上記の水酸化ナトリウムの水溶液を加えて、5分間攪拌し、鉄とネオジウムの水酸化物を生成した。この水酸化物を水洗したのち、ろ過して水酸化物を取り出した。この水酸化物を60℃で4時間乾燥したのち、空气中、300℃で2時間加熱脱水し、ついで、水素気流中、450℃で4時間加熱還元し、ネオジウム-鉄系磁性粉末とした。その後、水素ガスを流した状態で室温まで冷却し、窒素/酸素混合ガスに切り換えて、温度を再び60℃まで昇温し、窒素/酸素混合ガス気流中、8時間の安定化処理を行ったのち、空气中に取り出した。

【0122】このようにして得られたネオジウム-鉄系磁性粉末は、蛍光X線による測定で、鉄に対するネオジウムの含有量が1.4原子%であつた。この磁性粉末は、透過型電子顕微鏡（倍率：10万倍）で観察した結果、粒状の不定形の粒子で、約50nmから数100nmまでの広い範囲にわたった不均一な粒子サイズ分布を示しており、200nm以上の粒子も存在していた。これらのサイズの大きな粒子は、部分的に粒子間焼結により生じたものと考えられる。また、1273.3kA/mの磁界を印加して測定した飽和磁化は16.2μWb/g、保磁力は78.0kA/mであつた。

【0123】比較例2

硝酸ネオジウムの添加量を0.002モルから0.005モルに変更した以外は、比較例1と同様にして、ネオ

ジウム-鉄系磁性粉末を製造した。この磁性粉末は、蛍光X線による測定で、鉄に対するネオジウムの含有量が3.3原子%であつた。また、この磁性粉末を透過型電子顕微鏡（倍率：10万倍）で観察したところ、比較例1と同様に、粒状の不定形の粒子で、不均一な粒子サイズ分布を示し、200nm以上の粒子も存在していた。また、1273.3kA/mの磁界を印加して測定した飽和磁化は13.8μWb/g、保磁力は83.6kA/mであつた。

【0124】比較例3

硝酸ネオジウムに代えて硝酸サマリウムを使用した以外は、添加量および製造工程ともに、比較例1と同様にして、サマリウム-鉄系磁性粉末を製造した。この磁性粉末は、蛍光X線による測定で、鉄に対するサマリウムの含有量が3.0原子%であつた。また、この磁性粉末を透過型電子顕微鏡（倍率：10万倍）で観察したところ、比較例1と同様に、粒状の不定形の粒子で、不均一な粒子サイズ分布を示し、200nm以上の粒子も存在していた。また、1273.3kA/mの磁界を印加して測定した飽和磁化は15.3μWb/g、保磁力は85.9kA/mであつた。

【0125】比較例4

硝酸ネオジウムを使用しなかつた以外は、添加量および製造工程ともに、比較例1と同様にして、鉄系磁性粉末を製造した。この磁性粉末は、透過型電子顕微鏡（倍率：10万倍）で観察した結果、明らかに粒子間焼結が起こっており、粒子サイズがサブミクロンの不定形の粒子であつた。また、1273.3kA/mの磁界を印加して測定した飽和磁化は24.6μWb/g、保磁力は2.4kA/mであつた。

【0126】比較例5

0.140モルの硝酸鉄（III）に代えて、0.098モルの硝酸鉄（III）および0.042モルの硝酸コバルトを使用し、硝酸ネオジウムを使用しなかつた以外は、添加量および製造工程ともに、比較例1と同様にして、鉄-コバルト系磁性粉末を製造した。この磁性粉末は、蛍光X線による測定で、鉄に対するコバルトの含有量が41.4原子%であつた。また、この磁性粉末を透過型電子顕微鏡（倍率：10万倍）で観察した結果、比較例4の磁性粉末と同様に、明らかに粒子間焼結が起こっており、粒子サイズがサブミクロンの不定形の粒子であつた。また、1273.3kA/mの磁界を印加して測定した飽和磁化は28.6μWb/g、保磁力は4.0kA/mであつた。

【0127】比較例6

硝酸ネオジウムを使用しなかつた以外は、添加量および製造工程ともに、実施例3と同様にして、鉄-ホウ素系磁性粉末を製造した。この磁性粉末は、蛍光X線による測定で、鉄に対するホウ素の含有量が5.6原子%であつた。また、この磁性粉末を透過型電子顕微鏡（倍率：

10万倍)で観察した結果、ほぼ球状ないし楕円状の粒子で、平均粒子サイズは40nmであつた。さらに、1273.3kA/mの磁界を印加して測定した飽和磁化は18.2μWb/g、保磁力は42.9kA/mであつた。

【0128】比較例7

硝酸ネオジウムを使用しなかつた以外は、添加量および製造工程ともに、実施例10と同様にして、鉄-コバルト-ホウ素系磁性粉末を製造した。この磁性粉末は、蛍光X線による測定で、鉄に対するコバルトの含有量が42.0原子%、鉄に対するホウ素の含有量が6.1原子%であつた。また、この磁性粉末を透過型電子顕微鏡

(倍率:10万倍)で観察したところ、ほぼ球状ないし楕円状の粒子で、平均粒子サイズは30nmであつた。さらに、1273.3kA/mの磁界を印加して測定した飽和磁化は19.9μWb/g、保磁力は70.0kA/mであつた。

【0129】以上の実施例1~14および比較例1~7の各磁性粉末について、その元素構成と、鉄以外の元素の鉄に対する含有量(原子%)を、表1にまとめて示した。また、上記の各磁性粉末について、その粒子形状、粒子サイズ、保磁力および飽和磁化を、表2にまとめて示した。

【0130】

表1

	元素構成	鉄に対する含有量 (原子%)				
		Nd	Sm	Co	Ni	B
実施例1	Nd-Fe-B	2.4	—	—	—	9.1
実施例2	Nd-Fe-B	8.2	—	—	—	8.3
実施例3	Nd-Fe-B	1.3	—	—	—	5.1
実施例4	Nd-Fe-B	0.7	—	—	—	6.3
実施例5	Nd-Fe-B	0.9	—	—	—	7.9
実施例6	Nd-Fe-B	1.6	—	—	—	5.6
実施例7	Sm-Fe-B	—	1.2	—	—	5.6
実施例8	Sm-Fe-B	—	0.7	—	—	7.1
実施例9	Sm-Fe-B	—	1.4	—	—	9.5
実施例10	Nd-Fe-Co-B	1.9	—	40.1	—	7.5
実施例11	Nd-Fe-Co-B	1.5	—	10.8	—	6.1
実施例12	Sm-Fe-Co-B	—	1.8	41.6	—	8.0
実施例13	Sm-Fe-Co-B	—	1.6	26.0	—	7.1
実施例14	Nd-Fe-Co-Ni-B	1.8	—	33.9	6.8	7.7
比較例1	Nd-Fe	1.4	—	—	—	—
比較例2	Nd-Fe	3.3	—	—	—	—
比較例3	Sm-Fe	—	3.0	—	—	—
比較例4	Fe	—	—	—	—	—
比較例5	Fe-Co	—	—	41.4	—	—
比較例6	Fe-B	—	—	—	—	5.6
比較例7	Fe-Co-B	—	—	42.0	—	6.1

【0131】

表 2

	粒子形状	粒子サイズ (nm)	保磁力 (kA/m)	飽和磁化 ($\mu\text{Wb/g}$)
実施例 1	球状ないし楕円状	25	191.8	16.6
実施例 2	球状ないし楕円状	30	219.6	15.0
実施例 3	球状ないし楕円状	15	162.3	16.1
実施例 4	球状ないし楕円状	15	173.5	16.8
実施例 5	球状ないし楕円状	30	146.4	17.7
実施例 6	球状ないし楕円状	25	157.6	16.7
実施例 7	球状ないし楕円状	15	156.0	16.5
実施例 8	球状ないし楕円状	20	164.7	17.7
実施例 9	球状ないし楕円状	25	183.0	16.7
実施例 10	球状ないし楕円状	20	174.3	19.7
実施例 11	球状ないし楕円状	15	173.5	18.0
実施例 12	球状ないし楕円状	20	183.0	19.3
実施例 13	球状ないし楕円状	20	169.5	18.6
実施例 14	球状ないし楕円状	20	160.8	17.5
比較例 1	不定形	50<	78.0	16.2
比較例 2	不定形	50<	83.6	13.8
比較例 3	不定形	50<	85.9	15.3
比較例 4	焼 結	サブ μm	2.4	24.6
比較例 5	焼 結	サブ μm	4.0	28.6
比較例 6	球状ないし楕円状	40	42.9	18.2
比較例 7	球状ないし楕円状	30	70.0	19.9

【0132】実施例 15

下記の下塗り層用塗料成分をニーダで混練したのち、サンドミルで滞留時間を 60 分とした分散処理を行い、これにポリイソシアネート 6 部を加え、撹拌ろ過して、下塗り層用塗料を調製した。これとは別に、下記の磁性塗

料成分 (1) をニーダで混練したのち、サンドミルで滞留時間を 45 分として分散し、これに下記の磁性塗料成分 (2) を加え、撹拌ろ過して、磁性塗料を調製した。

【0133】

<下塗り層用塗料成分>

酸化チタン粉末 (平均粒径: 0.035 μm)	70 部
酸化チタン粉末 (平均粒径: 0.1 μm)	10 部
カーボンブラック (平均粒径: 0.075 μm)	20 部
塩化ビニル系共重合体 (含有 $-\text{SO}_3\text{Na}$ 基: 0.7×10^{-4} 当量/g)	10 部
ポリエステルポリウレタン樹脂 (含有 $-\text{SO}_3\text{Na}$ 基: 1.0×10^{-4} 当量/g)	5 部
メチルエチルケトン	130 部
トルエン	80 部
ミリスチン酸	1 部
ステアリン酸ブチル	1.5 部
シクロヘキサノン	65 部

【0134】

<磁性塗料成分 (1)>

実施例 1 で製造したネオジウム-鉄-ホウ素系磁性粉末 (Nd/Fe: 2.4 原子%、B/Fe: 9.1 原子%、	100 部
---	-------

保磁力：191.8 kA/m、飽和磁化：16.6 μ Wb/g、 平均粒子サイズ：25 nm、粒子形状：球状ないし楕円状)	
塩化ビニル-ヒドロキシプロピルアクリレート共重合体 (含有-SO ₃ Na基：0.7×10 ⁻⁴ 当量/g)	8部
ポリエステルポリウレタン樹脂 (含有-SO ₃ Na基：1.0×10 ⁻⁴ 当量/g)	4部
α -アルミナ (平均粒径：0.4 μ m)	10部
カーボンブラック (平均粒径：100 nm)	1.5部
ミリスチン酸	1.5部
メチルエチルケトン	133部
トルエン	100部

【0135】

<磁性塗料成分(2)>

ステアリン酸	1.5部
ポリイソシアネート	4部
シクロヘキサノン	133部
トルエン	33部

【0136】上記の下塗り層用塗料を、非磁性支持体であるポリエチレンテレフタレートフィルム(105℃、30分の熱収縮率が縦方向で0.8%、横方向で0.6%)に、乾燥およびカレンダー処理後の下塗り層の厚さが2 μ mとなるように塗布し、この上にさらに、上記の磁性塗料を、乾燥およびカレンダー処理後の磁性層の厚さが0.12 μ mとなるように、長手方向に0.3 Tの磁界を印加しながら、塗布し、乾燥した。

【0137】つぎに、この非磁性支持体の下塗り層およ

<バックコート層用塗料成分>

カーボンブラック (平均粒径：25 nm)	40.5部
カーボンブラック (平均粒径：370 nm)	0.5部
硫酸バリウム	4.05部
ニトロセルロース	28部
ポリウレタン樹脂(SO ₃ Na基含有)	20部
シクロヘキサノン	100部
トルエン	100部
メチルエチルケトン	100部

【0139】このようにして得た磁気シートを、5段カレンダー(温度70℃、線圧150 kN/m)で鏡面化処理し、これをシートコアに巻いた状態で60℃、40%RH下48時間エージングした。その後、3.8mm幅に裁断し、これを100m/分で走行させながら、磁性層表面をセラミツクホイール(回転速度+150%、巻付け角30°)で研磨して、長さ125mの磁気テープを作製した。この磁気テープをカートリッジに組み込み、コンピュータ用テープとした。

【0140】実施例16

乾燥およびカレンダー処理後の磁性層の厚さを0.28 μ mに変更した以外は、実施例15と同様にして、コンピュータ用テープを得た。

【0141】実施例17

乾燥およびカレンダー処理後の磁性層の厚さを0.09 μ m

び磁性層の形成面とは反対面側に、バックコート層用塗料を、乾燥およびカレンダー処理後のバックコート層の厚さが0.7 μ mとなるように塗布し、乾燥した。バックコート層用塗料は、下記のバックコート層用塗料成分を、サンドミルで滞留時間45分で分散したのち、ポリイソシアネート8.5部を加え、攪拌ろ過して調製したものである。

【0138】

mに変更した以外は、実施例15と同様にして、コンピュータ用テープを得た。

【0142】実施例18

磁性塗料成分における磁性粉末として、実施例3で製造したネオジウム-鉄-ホウ素系磁性粉末(保磁力：162.3 kA/m、飽和磁化：16.1 μ Wb/g、平均粒子サイズ：15 nm、粒子形状：球状ないし楕円状)を使用するとともに、乾燥およびカレンダー処理後の磁性層の厚さを0.18 μ mに変更した以外は、実施例15と同様にして、コンピュータ用テープを得た。

【0143】実施例19

乾燥およびカレンダー処理後の磁性層の厚さを0.11 μ mに変更した以外は、実施例18と同様にして、コンピュータ用テープを得た。

【0144】実施例20

乾燥およびカレンダ処理後の磁性層の厚さを $0.07\mu\text{m}$ に変更した以外は、実施例18と同様にして、コンピュータ用テープを得た。

【0145】実施例21

磁性塗料成分における磁性粉末として、実施例7で製造したサマリウム-鉄-ホウ素系磁性粉末（保磁力： 156.0 kA/m 、飽和磁化： $16.5\mu\text{Wb/g}$ 、平均粒子サイズ： 15 nm 、粒子形状：球状ないし楕円状）を使用するとともに、乾燥およびカレンダ処理後の磁性層の厚さを $0.12\mu\text{m}$ に変更した以外は、実施例15と同様にして、コンピュータ用テープを得た。

【0146】実施例22

磁性塗料成分における磁性粉末として、実施例10で製造したネオジウム-鉄-コバルト-ホウ素系磁性粉末（保磁力： 174.3 kA/m 、飽和磁化： $19.7\mu\text{Wb/g}$ 、平均粒子サイズ： 20 nm 、粒子形状：球状ないし楕円状）を使用するとともに、乾燥およびカレンダ処理後の磁性層の厚さを $0.11\mu\text{m}$ に変更した以外は、実施例15と同様にして、コンピュータ用テープを得た。

【0147】実施例23

磁性塗料を、乾燥およびカレンダ処理後の磁性層の厚さが $0.12\mu\text{m}$ となるように、磁場配向処理を行うことなく、下塗り層上に塗布し、乾燥した以外は、実施例18と同様にして、コンピュータ用テープを得た。すなわち、実施例18では、長手方向に高い角型比を得るため、長手方向に磁場配向処理を行っているが、本実施例では、長手方向や垂直方向も含め、全方向に同程度の角型比を得る目的で、磁場配向処理を行わないで、塗布した。通常の磁性粉末は、針状形状を有しているため、たとえ磁場配向処理を行わなくても、ある程度機械的に長手方向に配向されてしまうが、本実施例で使用するネオジウム-鉄-ホウ素系磁性粉末は、球状ないし楕円状の形状を有しているため、機械的配向の影響を受けにくく、容易に全方向に同程度の角型比を得ることができた。

【0148】実施例24

磁性塗料を、乾燥およびカレンダ処理後の磁性層の厚さが $0.15\mu\text{m}$ となるように、垂直方向に 0.3 T の磁界を印加しながら、下塗り層上に塗布し、乾燥した以外は、実施例18と同様にして、コンピュータ用テープを得た。すなわち、実施例18では、長手方向に高い角型比を得るため、長手方向に磁場配向処理を行っているが、本実施例では、垂直方向に高い角型比を得る目的で、垂直方向に磁場配向処理を行った。通常の磁性粉末は、針状形状を有しているため、垂直方向に磁界を印加すると、針状粒子が下塗り層面に垂直方向に並ぶ結果、磁性層の表面が著しく劣化する問題がある。これに対して、本実施例で使用するネオジウム-鉄-ホウ素系磁性粉末は、球状ないし楕円状の形状を有しており、形状に

対する異方性がほとんどないため、上記垂直配向しても、長手方向媒体と遜色のない良好な表面性が得られることが確認された。

【0149】実施例25

磁性塗料を、非磁性支持体上に、下塗り層を設けることなく、乾燥およびカレンダ処理後の磁性層の厚さが $0.51\mu\text{m}$ となるように、長手方向に 0.3 T の磁界を印加しながら塗布し、乾燥するようにした以外は、実施例18と同様にして、コンピュータ用テープを得た。

【0150】比較例8

磁性塗料成分における磁性粉末として、針状のFe-Co合金磁性粉末（Co/Fe： 24.6 重量%、保磁力： 189.4 kA/m 、飽和磁化： $18.3\mu\text{Wb/g}$ 、平均長軸径： 150 nm 、軸比： 5 ）を使用するとともに、乾燥およびカレンダ処理後の磁性層の厚さが $0.50\mu\text{m}$ となるように変更した以外は、実施例15と同様にして、コンピュータ用テープを得た。

【0151】比較例9

乾燥およびカレンダ処理後の磁性層の厚さを $0.35\mu\text{m}$ に変更した以外は、比較例8と同様にして、コンピュータ用テープを得た。

【0152】比較例10

乾燥およびカレンダ処理後の磁性層の厚さを $0.20\mu\text{m}$ に変更した以外は、比較例8と同様にして、コンピュータ用テープを得た。

【0153】比較例11

磁性塗料成分における磁性粉末として、比較例1で製造したネオジウム-鉄系磁性粉末（保磁力： 78.0 kA/m 、飽和磁化： $16.2\mu\text{Wb/g}$ 、平均粒子サイズ： 50 nm ）を使用するとともに、乾燥およびカレンダ処理後の磁性層の厚さを $0.28\mu\text{m}$ に変更した以外は、実施例15と同様にして、コンピュータ用テープを得た。

【0154】比較例12

磁性塗料成分における磁性粉末として、比較例7で製造した鉄-コバルト-ホウ素系磁性粉末（保磁力： 70.0 kA/m 、飽和磁化： $19.9\mu\text{Wb/g}$ 、平均粒子サイズ： 30 nm 、粒子形状：球状ないし楕円状）を使用するとともに、乾燥およびカレンダ処理後の磁性層の厚さを $0.16\mu\text{m}$ に変更した以外は、実施例15と同様にして、コンピュータ用テープを得た。

【0155】比較例13

磁性塗料成分における磁性粉末として、針状のFe-Co合金磁性粉末（Co/Fe： 24.6 重量%、保磁力： 189.4 kA/m 、飽和磁化： $18.3\mu\text{Wb/g}$ 、平均長軸径： 150 nm 、軸比： 5 ）を使用し、かつこれを使用した磁性塗料を、非磁性支持体上に、下塗り層を設けることなく、乾燥およびカレンダ処理後の磁性層の厚さが $0.58\mu\text{m}$ となるように、長手方向に 0.3 T の磁界を印加しながら塗布し、乾燥するように

した以外は、実施例 15 と同様にして、コンピュータ用テープを得た。

【0156】以上の実施例 15～25 および比較例 8～13 の各コンピュータ用テープにつき、磁気特性として、保磁力〔Hc〕、飽和磁束密度〔Bm〕および角型比〔Br/Bm〕を測定した。これらの測定結果を、各コンピュータ用テープに用いた磁性粉末の元素構成および磁性層の厚さとともに、表 3 に示した。

【0157】また、上記の各コンピュータ用テープにつき、他の磁気特性として、異方性磁界分布〔Ha〕を測定した。これは、コンピュータ用テープのヒステリシス曲線の第 2 象限（減磁曲線）の微分曲線を測定し、この微分曲線の半値幅に相当する磁界を、そのテープの保磁力の値で割った値で示したものである。すなわち、磁性

粉末の保磁力分布が狭いほど、またテープ中での磁性粉末の分散・配向が良好なほど、Ha は小さくなり、同じ保磁力で比較した場合に、Ha が小さいほど、とくに短波長での記録特性が良好となる。この測定結果を、表 4 に示した。

【0158】さらに、上記の各コンピュータ用テープにつき、電磁変換特性として、ヒューレットパツカード社製の DDS ドライブ（C1554A）を使用して、40℃、5%RH の条件下で 5 回走行後、最短記録波長 0.33μm のランダムデータ信号を記録し、ブロックエラーレート測定装置により、ブロックエラーレート〔BER〕を測定した。この測定結果を、表 4 に示した。

【0159】

表 3

	磁性粉末の 元素構成	磁性層 の厚さ (μm)	磁 気 特 性			
			Hc (kA/m) ＜長手＞	Bm (T)	角型比 [Br/Bm] ＜長手＞	角型比 [Br/Bm] ＜垂直＞
実施例15	Nd-Fe-B	0.12	203.7	0.382	0.86	—
実施例16	Nd-Fe-B	0.28	199.7	0.390	0.87	—
実施例17	Nd-Fe-B	0.09	204.5	0.366	0.85	—
実施例18	Nd-Fe-B	0.18	174.3	0.373	0.82	—
実施例19	Nd-Fe-B	0.11	178.3	0.370	0.83	—
実施例20	Nd-Fe-B	0.07	181.4	0.361	0.81	—
実施例21	Sm-Fe-B	0.12	165.5	0.375	0.83	—
実施例22	Nd-Fe-Co-B	0.11	183.8	0.402	0.82	—
実施例23	Nd-Fe-B	0.12	164.7	0.379	0.66	0.61
実施例24	Nd-Fe-B	0.15	136.1	0.362	0.40	0.75
実施例25	Nd-Fe-B	0.51	172.7	0.388	0.82	—
比較例 8	Fe-Co	0.50	183.8	0.395	0.83	—
比較例 9	Fe-Co	0.35	183.0	0.373	0.82	—
比較例10	Fe-Co	0.20	179.9	0.352	0.80	—
比較例11	Nd-Fe	0.28	83.6	0.289	0.72	—
比較例12	Fe-Co-B	0.16	74.8	0.399	0.84	—
比較例13	Fe-Co	0.58	186.2	0.390	0.85	—

【0160】

表4

	磁 気 特 性 ＜異方性磁界分布＞ 〔H a〕	電磁変換特性 ＜ブロックエラーレート＞ 〔BER〕
実施例15	0.51	$0.8 \times E - 03$
実施例16	0.52	$4.2 \times E - 03$
実施例17	0.50	$1.0 \times E - 03$
実施例18	0.49	$0.8 \times E - 03$
実施例19	0.46	$0.6 \times E - 03$
実施例20	0.47	$0.7 \times E - 03$
実施例21	0.48	$0.8 \times E - 03$
実施例22	0.45	$0.6 \times E - 03$
実施例23	0.61	$8.6 \times E - 03$
実施例24	0.53	$0.8 \times E - 02$
実施例25	0.54	$9.5 \times E - 03$
比較例8	0.61	$1.6 \times E - 01$
比較例9	0.61	$3.8 \times E - 02$
比較例10	0.65	$7.0 \times E - 02$
比較例11	0.72	$1 \times E - 01 <$
比較例12	0.60	$1 \times E - 01 <$
比較例13	0.63	$7.2 \times E - 01$

【0161】上記表3、表4の結果から、本発明の実施例15～25の各コンピュータ用テープは、比較例8～13の各コンピュータ用テープに比べて、異方性磁界分布が小さく、その結果として、電磁変換特性であるブロックエラーレートが小さく、より信頼性にすぐれていることがわかる。これは、本発明で用いた希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末が、粒状ないし楕円状の形状でありながら一軸性の結晶磁気異方性に基づく高い保磁力を示し、また極めて微粒子であるにもかかわらず高い飽和磁化を示し、さらに高充填性にもすぐれていることに起因する。

【0162】また、本発明の上記コンピュータ用テープは、同一の磁性層厚さで比較した場合、従来の針状の磁性粉末を用いたコンピュータ用テープに比べ、明らかにすぐれた記録特性を示すが、磁性層の厚さが $0.3 \mu m$ 以下と薄くなるとさらにその効果が増し、とくに $0.09 \mu m$ （実施例17）や $0.07 \mu m$ （実施例20）という極薄としても、ほとんど特性の低下が認められず、ブロックエラーレートは小さく抑えられている。このように、本発明の希土類-鉄-ホウ素系磁性粉末を用いたコンピュータ用テープは、磁性層厚さが $0.3 \mu m$ 以下になると、とくにその威力を発揮するものであり、これは、本発明に用いる上記の磁性粉末が特有の粒子形状、粒子サイズを有していることに起因する。

【0163】さらに、本発明の上記磁性粉末を用いて磁

場配向なしで製造したコンピュータ用テープ（実施例23）と、垂直配向させて製造したコンピュータ用テープ（実施例24）は、いずれも、長手方向したコンピュータ用テープ（実施例15～22）に比べて、ブロックエラーレートに劣っているが、これは測定する記録密度や媒体の形状に依存するものであり、たとえばさらに高記録密度領域や円盤状の形態とすると、よりすぐれた特性を発揮するものである。いずれにしても、本発明に用いる上記の磁性粉末は、磁界配向の有無や磁界配向方向にかかわらず、従来の針状の磁性粉末を使用したコンピュータ用テープに比べて、すぐれた特性を発揮するものであることが明らかである。

【0164】これに対して、針状の磁性粉末を用いたコンピュータ用テープでは、磁性層の厚さを $0.3 \mu m$ より薄くすると（比較例10）、これより厚くしたもの（比較例9）に比べ、ブロックエラーレートが劣化する。これは、針状の磁性粉末は、磁性層中での分散に分布があり、磁性層表面から突き出す磁性粉末も存在する結果、磁性層の表面平滑性が損なわれるため、針状の磁性粉末に宿命的な問題である。一方、針状の磁性粉末を用いて磁性層の厚さを $0.3 \mu m$ 程度に抑えたコンピュータ用テープ（比較例9）は、比較的良好なブロックエラーレートを示すが、磁性層の厚さを $0.3 \mu m$ 以下とした本発明のコンピュータ用テープに比べて、特性が劣る。これは、長手記録媒体に特有の現象であり、磁性

層の厚さが厚くなると各種の減磁が生じるためである。また、針状の磁性粉末を用いて磁性層の厚さを $0.5\mu\text{m}$ と厚くしたコンピュータ用テープ（比較例8）、下塗り層を設けずに磁性層の厚さをやはり厚くしたコンピュータ用テープ（比較例13）では、上記比較例9のテープに比べ、さらに特性が劣化する。

【0165】また、針状形状でないネオジウム-鉄系磁性粉末を用いたコンピュータ用テープ（比較例11）は、保磁力が低いだけでなく、磁性粉末の粒子サイズ分布が広いこと、周波数特性が悪く、ブロックエラーレートも悪くなる。さらに、本発明の磁性粉末と同様の粒子形状を有する鉄-コバルト-ホウ素系磁性粉末を用いたコンピュータ用テープ（比較例12）は、低記録密度では良好なブロックエラーレートを示したが、高記録密度でのブロックエラーレートは、本発明のコンピュータ用

＜下塗り層用塗料成分＞

α -酸化鉄（平均長軸長： $0.14\mu\text{m}$ 、平均針状比：7）	65部
粒状 α -アルミナ（平均粒径： $0.4\mu\text{m}$ ）	10部
カーボンブラック（平均粒径： $0.024\mu\text{m}$ ）	18部
カーボンブラック（平均粒径： $0.075\mu\text{m}$ ）	7部
塩化ビニル-酢酸ビニル-ビニルアルコール共重合樹脂 （含有 $-\text{SO}_3\text{Na}$ 基： 0.7×10^{-4} 当量/g）	16部
ポリウレタン樹脂 （含有 $-\text{SO}_3\text{Na}$ 基： 1.0×10^{-4} 当量/g）	7部
オレイン酸オレイル	6部
ステアリン酸n-ブチル	2部
シクロヘキサノン	200部
メチルエチルケトン	200部

【0168】上記の下塗り層用塗料を、非磁性支持体である厚さが $4\mu\text{m}$ のポリアミドフィルムに、乾燥およびカレンダー処理後の下塗り層の厚さが $2\mu\text{m}$ となるように塗布し、この上にさらに上記の磁性塗料を、下塗り層が湿潤状態の内に、乾燥およびカレンダー処理後の磁性層の厚さが $0.20\mu\text{m}$ となるように、長手方向に 0.3T の磁界を印加しながら、塗布し、乾燥した。

【0169】つぎに、この非磁性支持体の下塗り層および磁性層の形成面とは反対側面に、実施例15と同様のバツクコート層用塗料を、乾燥およびカレンダー処理後のバツクコート層の厚さが $0.7\mu\text{m}$ となるように塗布し、乾燥した。このようにして得た磁気シートを、5段カレンダー（温度 70°C 、線圧 147kN/m ）で鏡面化処理し、これをシートコアに巻いた状態で 60°C 、 $40\%\text{RH}$ 下48時間エージングした。その後、 3.8mm 幅に裁断し、これを 100m/分 で走行させながら、磁性層表面をセラミックスホイール（回転速度 $+120\%$ 、巻付け角 30° ）で研磨して、長さ 125m の磁気テープを作製した。この磁気テープをカートリッジに組み込み、コンピュータ用テープとした。

【0170】実施例27

磁性塗料成分における磁性粉末として、実施例5で製造

テープに比べて、明らかに特性に劣っていた。

【0166】実施例26

下記の下塗り層用塗料成分をニーダで混練したのち、サンドミルで滞留時間を50分とした分散処理を行い、これにポリイソシアネート6部を加え、攪拌ろ過して、下塗り層用塗料を調製した。これとは別に、磁性塗料成分における磁性粉末として、実施例4で製造したネオジウム-鉄-ホウ素系磁性粉末（ Nd/Fe ： 0.7 原子%、 B/Fe ： 6.3 原子%、保磁力： 173.5kA/m 、飽和磁化： $16.8\mu\text{Wb/g}$ 、平均粒子サイズ： 15nm 、粒子形状：球状ないし楕円状）を使用した以外は、実施例15と同様にして、磁性塗料を調製した。

【0167】

したネオジウム-鉄-ホウ素系磁性粉末（ Nd/Fe ： 0.9 原子%、 B/Fe ： 7.9 原子%、保磁力： 146.4kA/m 、飽和磁化： $17.7\mu\text{Wb/g}$ 、平均粒子サイズ： 30nm 、粒子形状：球状ないし楕円状）を使用するとともに、ニーダによる混練後のサンドミルによる滞留時間を30分とした以外は、実施例15と同様にして、磁性塗料を調製した。この磁性塗料を使用し、かつバツクコート層形成後の鏡面化処理を5段カレンダー（温度 80°C 、線圧 118kN/m ）で行うようにした以外は、実施例26と同様にして、コンピュータ用テープを得た。

【0171】実施例28

下塗り層用塗料成分における無機粉末として、 α -酸化鉄（平均長軸長： $0.14\mu\text{m}$ 、平均針状比：7）65部に代えて、酸化チタン粉末（平均粒径： $0.08\mu\text{m}$ ）65部を使用するとともに、ニーダによる混練後のサンドミルによる滞留時間を60分とした以外は、実施例26と同様にして、下塗り層用塗料を調製した。この下塗り層用塗料を使用し、かつバツクコート層形成後の鏡面化処理を5段カレンダー（温度 80°C 、線圧 245kN/m ）で行うようにした以外は、実施例26と同様にして、コンピュータ用テープを得た。

【0172】実施例29

磁性塗料成分における磁性粉末として、実施例12で製造したサマリウム-鉄-コバルト-ホウ素系磁性粉末

(Sm/Fe : 1.8原子%、 Co/Fe : 41.6原子%、 B/Fe : 8.0原子%、保磁力: 183.0 kA/m、飽和磁化: 19.3 $\mu\text{Wb/g}$ 、平均粒子サイズ: 20 nm、粒子形状: 球状ないし楕円状)を使用した以外は、実施例15と同様にして、磁性塗料を調製した。この磁性塗料を使用し、実施例26と同様にして、コンピュータ用テープを得た。

【0173】比較例14

磁性塗料成分における磁性粉末として、形状を針状としたネオジウム-鉄-ホウ素系磁性粉末(Nd/Fe : 5.2原子%、 B/Fe : 20.0原子%、保磁力: 163.1 kA/m、飽和磁化: 16.3 $\mu\text{Wb/g}$ 、平均粒子サイズ: 100 nm、粒子形状: 針状、軸比: 5)を使用するとともに、ニーダによる混練後のサンドミルによる滞留時間を30分とした以外は、実施例15と同様にして、磁性塗料を調製した。この磁性塗料を使用して、実施例26と同様にして、コンピュータ用テープを得た。

【0174】なお、本比較例で使用した上記の「形状を針状としたネオジウム-鉄-ホウ素系磁性粉末」は、針

状のゲータイト($\alpha\text{-FeOOH}$)粒子をネオジウム塩の水溶液中に分散させ、前記の実施例で説明した本発明の磁性粉末の製造方法を適用して、アルカリ水溶液中でネオジウムの水酸化物をゲータイト粒子の表面に付着させ、その後ホウ素処理を行い、水素ガス中で還元して、製造したものである。なおまた、後記の比較例15で使用了「針状のネオジウム-鉄-ホウ素系磁性粉末」についても、出発物質である針状のゲータイトおよび希土類元素とホウ素の添加量を代えた以外は、上記と同様にして製造したものである。

【0175】以上の実施例26~29および比較例14の各コンピュータ用テープにつき、磁性層面の光干渉式三次元表面粗さ計(TOP-O-3D)によるP-V値を、本文記載の方法により、測定した。また、短波長出力として、前記と同様のドライブを使用して、最短記録波長0.49 μm の記録波長における再生アンプ出力のpeak to peak値をオシロスコープで測定した。この測定値は、比較例14のコンピュータ用テープを100%として、相対値で示した。これらの測定結果を、各テープに使用した磁性粉末の元素構成、形状および平均粒径と、さらに磁性層の厚さとともに、表5に示した。

【0176】

表5

	実施例26	実施例27	実施例28	実施例29	比較例14
磁性粉末の種類 元素構成	Nd-Fe-B	Nd-Fe-B	Nd-Fe-B	Sm-Fe-Co-B	Nd-Fe-B
形 状	球状ないし楕円状	球状ないし楕円状	球状ないし楕円状	球状ないし楕円状	針状(軸比: 5)
平均粒径 (nm)	15	30	15	20	100
磁性層の厚さ (μm)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
P-V値 (nm)	33	48	28	35	75
出 力 (%)	117	110	128	125	100

【0177】上記表5の結果から明らかなように、実施例26~29の各コンピュータ用テープでは、本発明の磁性粉末を用いて、光干渉式三次元表面粗さ計によるP-V値を50 nm以下としていることにより、短波長記録においてもすぐれた出力が得られている。これに対し、比較例14のコンピュータ用テープでは、磁性層の厚さ、保磁力とも実施例と同等のネオジウム-鉄-ホウ素系磁性粉末でありながら、形状が針状であるため、分

散時に磁性粉末の凝集が生じやすく、また配向時に下塗り層に磁性粉末が突出し、磁性層表面を粗すこととなり、平滑性が低下して低出力となる。この結果から、本発明により、磁性層の厚さが0.3 μm 以下の薄層磁性層とした場合に、従来の針状磁性粉末では問題となる磁性層表面の平滑性の劣化を改善でき、最短記録波長が1.0 μm 以下の記録システムにおいてもすぐれた出力特性が得られるものであることがわかる。

【0178】実施例30

下記の下塗り層用塗料成分をニーダで混練したのち、サンドミルで滞留時間を60分とした分散処理を行い、これにポリイソシアネート6部を加え、攪拌ろ過して、下塗り層用塗料を調製した。これとは別に、下記の磁性塗

料成分(3)をニーダで混練したのち、サンドミルで滞留時間を50分として分散し、これに下記の磁性塗料成分(4)を加え、攪拌ろ過して、磁性塗料を調製した。

【0179】

<下塗り層用塗料成分>

γ-酸化鉄粉末	65部
(平均長軸長: $0.12\mu\text{m}$ 、軸比: 8、 $H_c: 23.9\text{kA/m}$ 、 $\sigma_s: 9.4\mu\text{Wb/g}$ 、BET比表面積: $25\text{m}^2/\text{g}$)	
粒状α-アルミナ粉末(平均粒径: $0.4\mu\text{m}$)	10部
カーボンブラツク(平均粒径: $0.024\mu\text{m}$)	25部
塩化ビニル-酢酸ビニル-ビニルアルコール共重合樹脂 (含有 $-\text{SO}_3\text{Na}$ 基: 0.7×10^{-4} 当量/g)	16部
ポリウレタン樹脂 (含有 $-\text{SO}_3\text{Na}$ 基: 1.0×10^{-4} 当量/g)	7部
オレイン酸オレイル	6部
ステアリン酸n-ブチル	2部
シクロヘキサノン	200部
メチルエチルケトン	200部

【0180】

<磁性塗料成分(3)>

実施例2で製造したネオジウム-鉄-ホウ素系磁性粉末 (Nd/Fe : 8.2原子%、 B/Fe : 8.3原子%、 保磁力: 219.6kA/m 、飽和磁化: $15.0\mu\text{Wb/g}$ 、 平均粒子サイズ: 30nm 、粒子形状: 球状ないし楕円状)	100部
塩化ビニル-ヒドロキシプロピルアクリレート共重合体 (含有 $-\text{SO}_3\text{Na}$ 基: 0.7×10^{-4} 当量/g)	8部
ポリエステルポリウレタン樹脂 (含有 $-\text{SO}_3\text{Na}$ 基: 1.0×10^{-4} 当量/g)	7部
α-アルミナ(平均粒径: $0.4\mu\text{m}$)	8部
カーボンブラツク(平均粒径: 100nm)	1.5部
ミリスチン酸	1.5部
メチルエチルケトン	133部
トルエン	100部

【0181】

<磁性塗料成分(4)>

ステアリン酸	1.5部
ポリイソシアネート	4部
シクロヘキサノン	133部
トルエン	33部

【0182】上記の下塗り層用塗料を、非磁性支持体であるポリアミドフィルム〔幅方向のヤング率(0.3% 伸び): $15.7 \times 10^9\text{N/m}^2$ 〕の上に、乾燥およびカレンダー処理後の下塗り層の厚さが $2\mu\text{m}$ となるように塗布し、この上にさらに上記の磁性塗料を、乾燥およびカレンダー処理後の磁性層の厚さが $0.15\mu\text{m}$ となるように、長手方向に 0.3T の磁界を印加しながら、塗布し、乾燥した。

【0183】つぎに、この非磁性支持体の下塗り層および磁性層の形成面とは反対側面に、実施例15と同様の

バックコート層用塗料を、乾燥およびカレンダー処理後のバックコート層の厚さが $0.7\mu\text{m}$ となるように塗布し、乾燥した。このようにして得た磁気シートを、5段カレンダー(温度 80°C 、線圧 147kN/m)で鏡面化処理し、これをシートコアに巻いた状態で 60°C 、 $40\%\text{RH}$ 下48時間エージングした。その後、 3.8mm 幅に裁断し、これを $100\text{m}/\text{分}$ で走行させながら、磁性層表面をセラミツクホイール(回転速度 $+150\%$ 、巻付け角 30°)で研磨して、長さ 125m の磁気テープを作製した。この磁気テープをカートリッジに組み込

み、コンピュータ用テープとした。

【0184】実施例31

磁性塗料成分における磁性粉末として、実施例11で製造したネオジウム-鉄-コバルト-ホウ素系磁性粉末

(Nd/Fe: 1.5原子%, Co/Fe: 10.8原子%, B/Fe: 6.1原子%, 保磁力: 173.5 kA/m, 飽和磁化: 18.0 μ Wb/g, 平均粒子サイズ: 15 nm, 粒子形状: 球状ないし楕円状)を使用するとともに、結合剤としての塩化ビニル-ヒドロキシプロピルアクリレート共重合体の使用量を10部に、同ポリエステルポリウレタン樹脂の使用量を4部に、それぞれ変更するようにした以外は、実施例30と同様にして、磁性塗料を調製した。この磁性塗料を使用して、実施例30と同様にして、コンピュータ用テープを得た。

【0185】実施例32

磁性塗料成分における磁性粉末として、実施例13で製造したサマリウム-鉄-コバルト-ホウ素系磁性粉末

(Sm/Fe: 1.6原子%, Co/Fe: 26.0原子%, B/Fe: 7.1原子%, 保磁力: 169.5 kA/m, 飽和磁化: 18.6 μ Wb/g, 平均粒子サイズ: 20 nm, 粒子形状: 球状ないし楕円状)を使用するとともに、結合剤としての塩化ビニル-ヒドロキシプロピルアクリレート共重合体の使用量を5部に、同ポリエステルポリウレタン樹脂の使用量を10部に、それぞれ変更した以外は、実施例30と同様にして、磁性塗料を調製した。この磁性塗料を使用し、かつ非磁性支持体としてポリアミドフィルム[幅方向のヤング率(0.3%伸び): 13.7 $\times 10^9$ N/m²]を使用した以外は、実施例30と同様にして、コンピュータ用テープを得た。

【0186】比較例15

磁性塗料成分における磁性粉末として、形状を針状としたネオジウム-鉄-ホウ素系磁性粉末(Nd/Fe: 10.5原子%, B/Fe: 25.0原子%, 保磁力: 155.2 kA/m, 飽和磁化: 16.3 μ Wb/g, 平均粒子サイズ: 250 nm, 粒子形状: 針状, 軸比: 8)を使用するとともに、結合剤としての塩化ビニル-ヒドロキシプロピルアクリレート共重合体の使用量を15部に、同ポリエステルポリウレタン樹脂の使用量を2部に、それぞれ変更するようにした以外は、実施例30と同様にして、磁性塗料を調製した。この磁性塗料を使用し、かつ非磁性支持体としてポリエステルフィルム[幅方向のヤング率(0.3%伸び): 4.4 $\times 10^9$ N/m²]を使用した以外は、実施例30と同様にして、コンピュータ用テープを得た。

【0187】以上の実施例30～32および比較例15の各コンピュータ用テープにつき、引張試験機により25℃, 60%RHで延伸速度10%/minの測定条件で、0.3%伸びでの幅方向のヤング率[Y_{TD}]に対する長手方向のヤング率[Y_{MD}]の比[Y_{TD}/Y_{MD}]を求めた。また、各コンピュータ用テープのヘッドコンタクトは、磁気ヘッドとのヘッドコンタクトが不良の場合、シリンダとの偏接によりエンベロープ不良となり、出力変動が大きくなるため、前記と同様のドライブを用いて、1トラック中の出力の最大値(A)と最小値(B)の出力比[(A)-(B)]/{(A)+(B)}/2を求めた。これらの結果を、各テープに用いた磁性粉末の元素構成、形状および平均粒径とともに、表6に示した。

【0188】

表6

	実施例30	実施例31	実施例32	比較例15
磁性粉末の種類 元素構成	Nd-Fe-B	Nd-Fe-Co-B	Sm-Fe-Co-B	Nd-Fe-B
形 状	球状ないし 楕円状	球状ないし 楕円状	球状ないし 楕円状	針状(軸比 : 8)
平均粒径(nm)	30	15	20	250
Y _{TD} /Y _{MD}	1.42	1.45	1.26	0.87
エンベロープ(%)	8	5	12	23

【0189】上記の表6から明らかなように、実施例30～32の各コンピュータ用テープでは、本発明の磁性粉末を用いて、幅方向のヤング率[Y_{TD}]に対する長手方向のヤング率[Y_{MD}]の比[Y_{TD}/Y_{MD}]が1.0～

1.7の範囲にあり、従来の針状磁性粉末を用いたコンピュータ用テープに比べて、幅方向のヤング率を大きくしているため、すぐれたヘッドコンタクトが得られている。これに対し、比較例15のコンピュータ用テープで

は、形状が針状で平均粒径も大きな磁性粉末を用いているため、配向時に長手方向に配列しやすくなり、長手方向に比べて幅方向の強度が低下し、これに伴い磁気ヘッドとの摺接が偏在化して、ヘッドコンタクトの劣化が顕著となる。この結果から、本発明によれば、従来の針状磁性粉末を使用したものよりも、長手方向に対して幅方向の強度を高めることができ、良好なヘッドコンタクトが得られるものであることがわかる。

【0190】

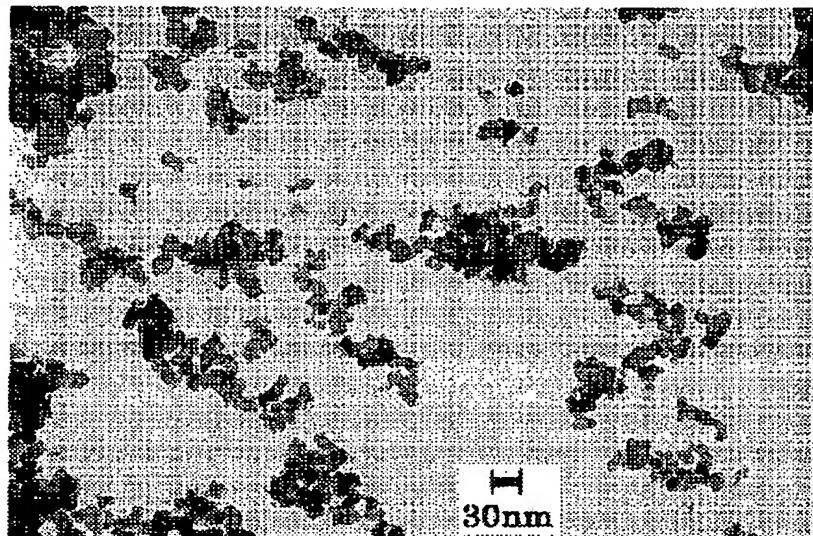
【発明の効果】 以上のように、本発明は、従来の針状の

磁性粉末を用いた塗布型磁気記録媒体では実現困難であった $0.3\mu\text{m}$ 以下の極薄磁性層領域をはじめて実用領域として切り開き、塗布型磁気記録媒体のブレイクスルーを実現したものであり、本発明により奏される記録特性の実用価値は、はかり知れないほど大きい。

【図面の簡単な説明】

【図1】 実施例1で製造した球状ないし楕円状のネオジウム-鉄-ホウ素系磁性粉末の透過型電子顕微鏡写真（倍率：10万倍）を示す特性図である。

【図1】



フロントページの続き

Fターム(参考) 4K017 AA04 BA06 BB12 CA03 CA07
DA03 EH19 FB06
4K018 BA18 BB01 BB04 BD02
5D006 BA01 BA08 BA19 FA09
5E040 AA04 AA19 CA06 HB09 HB15
HB17 NN01 NN06 NN12 NN13
NN15